

**Titre:** Mesure des constantes d'élasticité des alliages à mémoire de forme  
**Title:** (NITI) par laser ultrason

**Auteur:** Federico Ariza  
**Author:**

**Date:** 2006

**Type:** Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

**Référence:** Ariza, F. (2006). Mesure des constantes d'élasticité des alliages à mémoire de  
**Citation:** forme (NITI) par laser ultrason [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de  
Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/7585/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**  
Open Access document in PolyPublie

**URL de PolyPublie:** <https://publications.polymtl.ca/7585/>  
**PolyPublie URL:**

**Directeurs de  
recherche:**  
**Advisors:**

**Programme:** Non spécifié  
**Program:**

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

MESURE DES CONSTANTES D'ÉLASTICITÉ DES ALLIAGES À MÉMOIRE DE  
FORME (NITI) PAR LASER ULTRASON

FEDERICO ARIZA  
DÉPARTEMENT DE GÉNIE PHYSIQUE  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES  
JANVIER 2006



Library and  
Archives Canada

Bibliothèque et  
Archives Canada

Published Heritage  
Branch

Direction du  
Patrimoine de l'édition

395 Wellington Street  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

395, rue Wellington  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

*Your file    Votre référence*

*ISBN: 978-0-494-16751-9*

*Our file    Notre référence*

*ISBN: 978-0-494-16751-9*

#### NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

#### AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protègent cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

---

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

  
**Canada**

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

MESURE DES CONSTANTES D'ÉLASTICITÉ DES ALLIAGES À MÉMOIRE DE  
FORME (NITI) PAR LASER ULTRASON

présenté par: ARIZA Federico

en vue de l'obtention du diplôme de: Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de:

M. TURENNE Sylvain, Ph.D., président

M. BERTRAND Lionel, P.d'État., membre et directeur de recherche

M. BESCOND Christophe, Ph.D., membre

A mi mamá por que me recuerdo que la esperanza es lo ultimo que se pierde. A mi nena hermosa por no dejarme olvidar mis sueños....

Si, si es verdad, si hay luz al final de tunel.

## REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier monsieur Lionel Bertrand, mon directeur de recherche, pour m'avoir accueilli ainsi que pour ses précieux conseils et suggestions, sans lesquels la réalisation de ce travail n'aurait pas été possible.

Je remercie Christophe Bescond pour son soutien de tous les instants, tant sur le plan technique que théorique, et pour m'avoir ouvert les portes de l'Institut de matériaux industriels, où j'ai pris de nombreuses mesures.

Je remercie monsieur Frank Sczerzenie, de Special Metals, pour sa générosité. En effet, l'entreprise Special Metals a donné la totalité des échantillons utilisés dans la recherche.

Il me faut remercier mes amies qui m'ont aidé à la correction de ce mémoire. Je sais que ce travail est ? (Ce n'est pas vrai ; je ne sais pas comment est ce travail, mais j'imagine qu'il est vraiment ennuyeux.) Merci beaucoup à Maryse pour son aide dans la plupart du texte, et à Martine qui a continué jusqu'à la fin ce travail de charité pour le petit colombien.

## RÉSUMÉ

Dans ce mémoire, nous avons cherché à mesurer les constantes d'élasticité des alliages à mémoire de forme (AMF) par laser ultrason. Les AMF sont des matériaux de haute technologie qui sont utilisés dans des applications industrielles et médicales variées. La méthode de laser ultrason permet de mesurer les propriétés de ces matériaux sans avoir besoin d'un contact direct. Les constantes d'élasticité sont calculées au moyen des vitesses de propagation des ondes ultrasonores. Les vitesses utilisées dans ce calcul sont celles des ondes longitudinales et transversales. Les mesures ont été faites au moyen d'un balayage de températures entre 20 ° et 150 °.

La vitesse des ondes longitudinales a été mesurée directement, en calculant la distance entre les pics des réflexions de l'onde sur les deux faces des échantillons ; cette mesure a été faite de deux façons différentes : par corrélation et par analyse spectrale. Les deux méthodes ont donné des résultats similaires.

Les ondes transversales ont un faible rapport signal sur bruit. Pour contourner ce problème, nous avons mesuré la vitesse de propagation de l'onde de Rayleigh (qui est une onde de surface) ; au moyen de ces valeurs, nous avons calculé la vitesse de l'onde transversale. Une analyse du signal direct de l'onde transversale a été faite par signal analytique, mais les résultats obtenus avec l'onde de Rayleigh sont plus robustes.

La méthode laser ultrason appliquée aux AMF est un véritable succès.

## ABSTRACT

In this masters thesis we measured the elasticity constants of shape memory alloys (SMA) using the laser ultrasound methodology. The SMA are high tech materials, they are used in a variety of applications in the industry and in the medical world. The laser ultrasound methodology let us measure the properties of the material without any direct contact. The elasticity constants are calculated using the speed of propagation of the ultrasound waves. The speeds used during this calculation are those of the longitudinal and transversal waves. The measures were done at different temperatures between 20 and 150 degrees celcius. The speed of the longitudinal wave was measured directly from the distance between the reflection of the wave on the two surfaces of the sample. This distance was found in two different ways : one method was by correlation between two consecutive reflections, the other method was by spectral analysis of several reflections. Both ways give equivalent results.

The signal to noise ration of the transversal wave is pretty low. To get around this problem, we measured the propagation speed of the Rayleigh wave (which is a surface wave), with its values we calculated the speed of the transversal wave. A direct analysis of the transversal signal was done by analytical signal but the results found with the Rayleigh wave are more robust.

The laser ultrasound methodology applied to the SMA is a real success.



## TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE . . . . .	iv
REMERCIEMENTS . . . . .	v
RÉSUMÉ . . . . .	vi
ABSTRACT . . . . .	vii
TABLE DES MATIÈRES . . . . .	viii
LISTE DES FIGURES . . . . .	xii
LISTE DES TABLEAUX . . . . .	xiv
INTRODUCTION . . . . .	1
CHAPITRE 1      ALLIAGES À MÉMOIRE DE FORME . . . . .	4
1.1 Introduction . . . . .	4
1.2 Transformation de phase . . . . .	4
1.3 Effet de mémoire de forme . . . . .	6
1.4 Pseudo-élasticité . . . . .	7
1.4.1 Caractérisation des alliages à mémoire de forme . . . . .	8
1.5 Conclusion . . . . .	9
CHAPITRE 2      LASER ULTRASONS . . . . .	11
2.1 Introduction aux ultrasons . . . . .	11
2.1.1 Ultrasons traditionnels vs Laser ultrasons . . . . .	11
2.2 Génération des ondes ultrasonores par impact laser . . . . .	13
2.2.1 Distribution de température . . . . .	13

2.2.2	Régimes de génération . . . . .	14
2.3	Ondes ultrasonores . . . . .	16
2.4	Interféromètre hétérodyne . . . . .	18
2.5	Problème inverse . . . . .	20
2.6	Conclusion . . . . .	23
CHAPITRE 3	ÉCHANTILLONS DE NITI . . . . .	24
3.1	Caractéristiques . . . . .	24
3.1.1	Symétrie . . . . .	26
3.2	Distribution de température . . . . .	27
3.2.1	Densité de puissance incidente sur l'échantillon . . . . .	27
3.2.1.1	Taille du faisceau . . . . .	28
3.2.1.2	Puissance de la radiation . . . . .	29
3.2.1.3	Densité de puissance . . . . .	29
3.2.2	Incrément de température . . . . .	30
3.3	Manipulation . . . . .	34
3.3.1	Coupage . . . . .	35
3.4	Conclusion . . . . .	36
CHAPITRE 4	PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE . . . . .	38
4.1	Introduction . . . . .	38
4.2	Lasers . . . . .	39
4.2.1	Génération . . . . .	39
4.2.1.1	Paramètres d'utilisation . . . . .	40
4.2.2	Détection . . . . .	40
4.3	Sonde pour la détection d'ultrasons . . . . .	41
4.3.1	Méthode différentielle . . . . .	41
4.3.2	Vélocimétrie . . . . .	43
4.3.3	Photoréfractive . . . . .	43

4.4	Incrément de la température . . . . .	44
4.4.1	Mesures de dilatation . . . . .	46
4.5	Position d'impact de l'impulsion laser . . . . .	48
4.6	Points d'impact et de détection des ultrasons . . . . .	49
4.7	Prise de mesures . . . . .	49
4.8	Conclusion . . . . .	52
<b>CHAPITRE 5</b>	<b>ANALYSE DES DONNÉES . . . . .</b>	<b>53</b>
5.1	Introduction . . . . .	53
5.2	Signal typique . . . . .	53
5.3	Mesure de temps de vol des ondes . . . . .	54
5.3.1	Analyse spectrale . . . . .	55
5.3.2	Corrélation . . . . .	55
5.3.3	Signal analytique . . . . .	58
5.3.3.1	Onde transversal bruitée . . . . .	59
5.3.4	Conclusion . . . . .	61
<b>CHAPITRE 6</b>	<b>RÉSULTATS . . . . .</b>	<b>63</b>
6.1	Introduction . . . . .	63
6.2	Prise de mesures . . . . .	63
6.2.0.1	PASLU . . . . .	63
6.2.0.2	IMI . . . . .	64
6.3	Cycle de transformation de phase . . . . .	64
6.4	Mesure de vitesses . . . . .	65
6.4.1	Direction de propagation Z . . . . .	66
6.4.1.1	Onde longitudinale . . . . .	66
6.4.1.2	Onde transversale . . . . .	70
6.4.2	Direction de propagation X-Y . . . . .	73
6.4.2.1	Onde longitudinale . . . . .	73

6.4.2.2	Onde transversale . . . . .	76
6.5	Constantes d'élasticité . . . . .	76
6.5.1	Module d'élasticité . . . . .	79
6.5.1.1	Module de Young . . . . .	79
6.5.1.2	Coefficient de Poisson . . . . .	80
6.6	Conclusion . . . . .	81
CHAPITRE 7	CONCLUSION . . . . .	83
RÉFÉRENCES	. . . . .	85

## LISTE DES FIGURES

FIG. 1.1	Transformation de phase sans contrainte. Pour $T < M_f$ l'alliage se trouve dans la phase martensite et dans la phase austénite pour $T > A_f$ . . . . .	6
FIG. 1.2	Déformation d'un AMF par application d'une contrainte dans la phase martensite. . . . .	6
FIG. 1.3	Effet de mémoire de forme. . . . .	7
FIG. 1.4	Pseudo-élasticité. Induction d'une transformation de phase par une contrainte. . . . .	8
FIG. 2.1	Interféromètre hétérodyne utilisé pour la mesure de déplacement de l'échantillon dû à la vibration. . . . .	18
FIG. 2.2	Réponse en fréquence pour un déplacement $a$ de l'échantillon. . .	20
FIG. 3.1	Comportement d'un faisceau gaussien qui travers une lentille. . . .	28
FIG. 3.2	Incrément de température de l'austénite vs Temps. . . . .	31
FIG. 3.3	Incrément de température de l'austénite vs Profondeur. . . . .	31
FIG. 3.4	Incrément de température de la martensite vs Temps. . . . .	33
FIG. 3.5	Incrément de température de la martensite vs Profondeur. . . . .	33
FIG. 3.6	Coupage de notre échantillon. . . . .	36
FIG. 4.1	Configuration expérimentale des méthodes différentielles. . . . .	42
FIG. 4.2	Configuration expérimentale des méthodes par vélocimétrie. . . .	43
FIG. 4.3	Configuration expérimentale des méthodes par cristal photoréfractif.	44
FIG. 4.4	Dispositif de chauffage, vues verticale et horizontale. . . . .	46
FIG. 4.5	Mesure de dilatation de l'échantillon. . . . .	47
FIG. 4.6	Arrangement expérimental. . . . .	50
FIG. 5.1	Signal typique des ultrasons . . . . .	54
FIG. 5.2	Processus pour l'isolation du pic L1. . . . .	56
FIG. 5.3	Processus pour l'isolation du pic L2. . . . .	56

FIG. 5.4	Corrélation entre les pics L1 et L2. . . . .	57
FIG. 5.5	Valeur absolue du signal analytique . . . . .	59
FIG. 5.6	Signal pour lequel l'onde transversale n'est pas bien définie. . . .	60
FIG. 5.7	Signal ou l'onde transversale a été approximée par un polynôme de cinquième ordre. . . . .	61
FIG. 6.1	Transformation de phase sans contrainte . . . . .	65
FIG. 6.2	Vitesse de l'onde longitudinale en direction Z. (PASLU) . . . . .	66
FIG. 6.3	Vitesse de l'onde longitudinale en direction Z. (IMI) . . . . .	67
FIG. 6.4	Extrait de la figure 6.2 montrant une différence de vitesse entre le chauffage et le refroidissement au-dessous de $M_f$ (70 °C). (PASLU)	68
FIG. 6.5	Plusieurs cycles de chauffage et refroidissement consécutifs. (IMI)	69
FIG. 6.6	Vitesse de l'onde transversale en direction Z. (PASLU) . . . . .	70
FIG. 6.7	Vitesse de l'onde de Rayleigh. (IMI) . . . . .	71
FIG. 6.8	Vitesse de l'onde transversale calculée à partir des vitesses de l'onde de Rayleigh et de l'onde longitudinale. (IMI) . . . . .	72
FIG. 6.9	Vitesse de l'onde de Rayleigh de l'acier 4027. (IMI) . . . . .	73
FIG. 6.10	Vitesse de l'onde longitudinale se propageant en direction X dans le plan d'isotropie X-Y. (IMI) . . . . .	74
FIG. 6.11	Extrait de la figure 6.10 montrant des boucles dans le cycle de chauffage. (IMI) . . . . .	75
FIG. 6.12	Constante d'élasticité $c_{33}$ . . . . .	77
FIG. 6.13	Constante d'élasticité $c_{44}$ . . . . .	78
FIG. 6.14	Constante d'élasticité $c_{11}$ . . . . .	78
FIG. 6.15	Module de Young. (IMI) . . . . .	80
FIG. 6.16	Coefficient de Poisson. (IMI) . . . . .	81

## LISTE DES TABLEAUX

TAB. 2.1	Constantes nécessaires pour faire le calcul d'incrément de température dû à l'impact laser. . . . .	14
TAB. 3.1	Propriétés Physiques de notre échantillon de NiTi . . . . .	25
TAB. 3.2	Propriétés mécaniques de notre échantillon de NiTi . . . . .	25
TAB. 3.3	Propriétés de mémoire de forme de notre échantillon de NiTi . . .	26
TAB. 3.4	Valeurs des constantes utilisées pour le calcul. . . . .	30
TAB. 6.1	Relation entre les constantes d'élasticité et les vitesses de propagation. . . . .	77

## INTRODUCTION

Le but de ce mémoire est de mesurer les constantes d'élasticité des alliages à mémoire de forme, en particulier du NiTi, par laser ultrason.

Les alliages à mémoire de forme ont été découverts en 1932. Ils ont été oubliés pendant longtemps et seulement récemment ils ont été redécouverts par l'industrie et la médecine. Ils présentent des caractéristiques uniques, la mémoire de forme (caractéristique qui donne son nom à cette sorte d'alliage) et la pseudo-élasticité. Ces caractéristiques sont dues à la transformation de phase martensitique. Cette transformation peut être induite de deux façons :

- \* Par un changement de température. Dans ce cas, la transformation est aperçue comme un changement de forme.
- \* Une contrainte peut induire la transformation. Ici la transformation fait que l'élasticité devient plus grande que la normale.

La technique de caractérisation par ultrason consiste à étudier un matériau par la façon qu'ont les ondes ultrasonores de se propager à l'intérieur du matériau. Le laser ultrason utilise un laser pour la génération des ultrasons et un autre laser pour la détection. Il est complètement sans contact, ce qui permet d'utiliser la technique dans des environnements qui n'autorisent aucun contact avec le matériau à étudier, par exemple à haute température. En général, le principal problème pour l'évaluation des constantes d'élasticité en laser-ultrason est que la vitesse accessible expérimentalement est la vitesse de groupe et non la vitesse de phase. Contrairement aux vitesses de phase, il n'existe pas de relation directe et analytique, reliant les vitesses de groupe et les constantes d'élasticité, qui puisse être utilisée pour la résolution du problème inverse. On contournera ce problème en mesurant les vitesses dans des directions particulières reliées à la géométrie de notre échantillon où les vitesses de groupe sont les mêmes que les vitesses de phase.



Au chapitre 1, on verra les alliages à mémoire de forme en étudiant leur comportement et leur cycle de changement de phase.

Au chapitre 2, on traitera des ultrasons en général, et après on s'intéressera au domaine des laser ultrasons, en passant par les différents régimes de génération. À la fin, on fera toute l'analyse théorique pour trouver la relation entre les vitesses des ondes ultrasonores et les constantes d'élasticité.

Au chapitre 3, on étudiera les caractéristiques de nos échantillons de NiTi. On recensera les propriétés physiques, mécaniques et de mémoire de forme telles que données par le fournisseur (Special Metals). Une analyse de la symétrie de notre échantillon nous conduira à trouver les directions dans lesquelles on fera les mesures, directions qui nous permettront d'utiliser les relations pour les constantes d'élasticité trouvées au chapitre 2. L'étude du chauffage dû à l'impulsion laser (génération) permettra de vérifier que son effet est négligeable comparativement à la taille de notre échantillon. On finira par donner les directives de manipulation des échantillons et par définir les tailles des morceaux à utiliser pour les mesures.

Le chapitre 4 décrit la procédure expérimentale suivie pendant la recherche. On parlera des différents lasers de génération et de détection. On présentera le principe de fonctionnement des divers systèmes de détection des ultrasons. La méthode d'alignement entre le point de génération et de détection sera décrite. Finalement, on définit une procédure d'acquisition des données à suivre pour réduire les erreurs systématiques.

L'analyse des données sera étudiée au chapitre 5. La sélection de la méthode pour faire l'analyse des données est reliée aux caractéristiques des signaux à analyser ; les facteurs dont il faut tenir compte pour cette analyse sont par exemple : le rapport signal sur bruit et la définition des pics. On montrera différentes méthodes selon leur applicabilité aux différents types de signaux.

Les résultats de la recherche seront montrés au chapitre 6. On verra les mesures de vitesses pour les ondes longitudinales et transversales dans les différentes directions de propagation. Finalement, on fera le calcul des constantes d'élasticité avec les vitesses mesurées.

Les conclusions tirées de la recherche seront présentées au chapitre 7. On donnera quelques suggestions pour les travaux futurs dans le domaine et on parlera de l'applicabilité de la méthode de laser ultrason pour étudier les alliages à mémoire de forme.

## CHAPITRE 1

### ALLIAGES À MÉMOIRE DE FORME

#### 1.1 Introduction

Les alliages à mémoire de forme (dorénavant AMF) sont des alliages qui possèdent deux propriétés uniques, la mémoire de forme (comme son nom l'indique) et la pseudo-élasticité.

Les premiers effets de mémoire de forme ont été reportés en 1932 avec un alliage à base d'or et de cadmium. Le phénomène a commencé à être compris à la fin des années 40 avec des alliages à base de cuivre.

Bien que les AMF aient été connus depuis longtemps, c'est seulement en 1967, après le développement du Nitinol (AMF de NiTi) que la première application industrielle (manchon d'accouplement Raychem pour les avions F14) (Marcel Berveiller et al., 1994) a été développée. Après ces succès, l'industrie a passé par une étape de calme, due au grand nombre de difficultés rencontrées dans la mise en oeuvre de cette nouvelle technologie.

Les AMF à base de NiTi sont uniques dans les applications médicales, à cause de leur meilleure résistance à la corrosion par rapport à tous les autres AMF. On les utilise dans ce domaine depuis les années 80 (V. Brailovski et al., 2003).

#### 1.2 Transformation de phase

Les AMF présentent deux phases cristallines différentes :

- \* La phase haute température appelée austénite.

\* La phase basse température appelée martensite.

Pour les AMF de NiTi, la phase austénite possède une structure cubique à faces centrées, et la phase martensite a une structure monoclinique qui, en fait, n'est rien d'autre qu'une structure orthorhombique déformée.

Les transformations de réseaux sans diffusion atomique sont appelées "transformations martensitiques". Les transformations martensitiques sont donc des transformations de phases à l'état solide des matériaux (Marcel Berveiller et al., 1994).

Les effets des AMF proviennent d'une transformation de phase martensitique provoquée par une variation de température ou par l'application d'une contrainte. Dans notre étude, nous avons travaillé seulement avec la transformation de phase par changement de température (contrainte=0).

La phase martensite est facilement déformable sous contrainte en comparaison avec la phase austénite qui a besoin d'une contrainte plus forte pour être déformée de la même quantité.

À température décroissante, la transformation martensitique commence à  $M_s$  et devient complète à la température  $M_f$ . Entre ces deux températures, il y a coexistence des deux phases (austénite et martensite). À température croissante, la transformation inverse débute à la température  $A_s$  et se termine à la température  $A_f$ , tel qu'illustré sur la figure 1.1

La transformation de phase est toujours présente même s'il n'y a pas un effet macroscopique visible. L'effet du changement de forme est produit seulement s'il y a une déformation à la phase martensite.

Dans les prochaines sections, on rappellera les effets de mémoire de forme et de pseudo-élasticité au lecteur. L'emphase est portée sur les changements microscopiques pendant la transformation de phase.

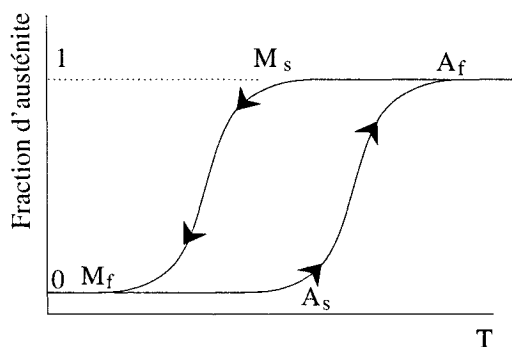


FIG. 1.1 Transformation de phase sans contrainte. Pour  $T < M_f$  l'alliage se trouve dans la phase martensite et dans la phase austénite pour  $T > A_f$

### 1.3 Effet de mémoire de forme

L'effet est observé quand l'alliage est refroidi jusqu'à une température inférieure à  $M_f$  : à ce point, l'alliage est composé exclusivement de la phase martensite, laquelle, comme on l'a déjà mentionné, est une phase facile à déformer (voir figure 1.2).

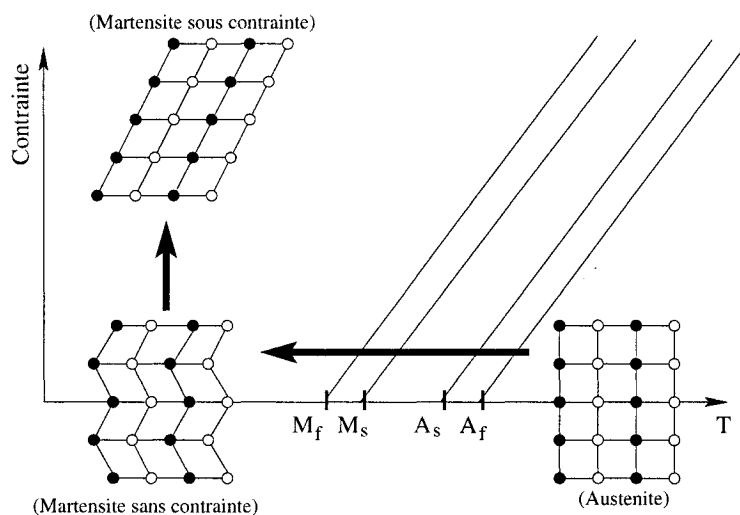


FIG. 1.2 Déformation d'un AMF par application d'une contrainte dans la phase martensite.

La forme macroscopique des phases austénite et martensite sans contrainte (avant l'application de la contrainte) est la même, et cette forme là, est différente de la forme de la phase martensite sous contrainte.

Après la déformation, on élimine la contrainte et la pièce reste déformée. La forme originale peut être récupérée par réchauffement jusqu'à une température supérieure à  $A_f$ . À ce point-là, l'alliage reprend la structure cubique de l'austénite avec la forme originale de la pièce (voir figure 1.3).

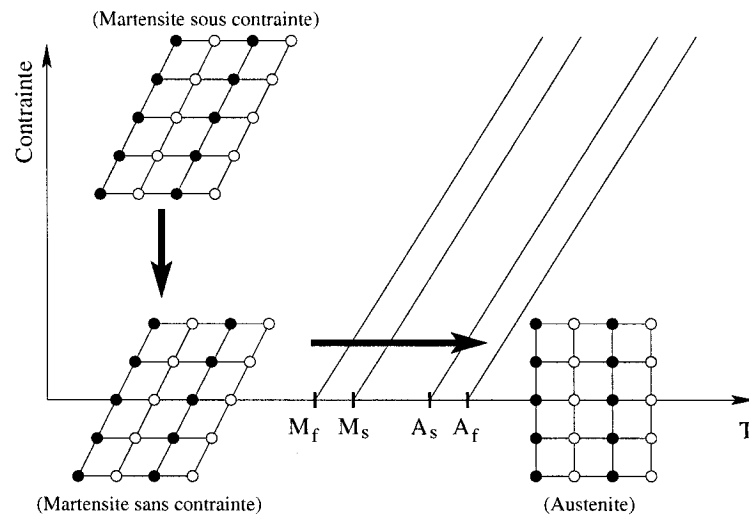


FIG. 1.3 Effet de mémoire de forme.

L'effet de mémoire de forme tel que décrit est une première approximation du comportement des AMF lors d'un cycle thermomécanique. Si la contrainte appliquée est petite, après un cycle, la pièce retrouve sa forme martensite originale. Si la contrainte est trop grande et si on fait le cycle thermomécanique plusieurs fois (traitement d'éducation), après une augmentation de la température au-delà de  $A_f$  et diminution au-delà de  $M_f$ , la pièce retourne à la forme martensite déformée. Cette déformation réversible est associée à des changements de l'état interne du matériau. Cet effet est appelé mémoire double sens.

#### 1.4 Pseudo-élasticité

Comme déjà mentionné, il est possible d'induire un changement de phase seulement par application d'une contrainte. Une contrainte appliquée à une pièce d'AMF complètement

dans la phase austénite ( $T > A_f$ ), induit un changement de phase (vers martensite) sans changement de température. La contrainte est absorbée par la martensite plus malléable. Au moment où la contrainte est réduite, il apparaît une transformation inverse (vers austénite) parce que la température est toujours supérieure à  $A_f$  et la pièce retrouve sa forme originale (voir figure 1.4).

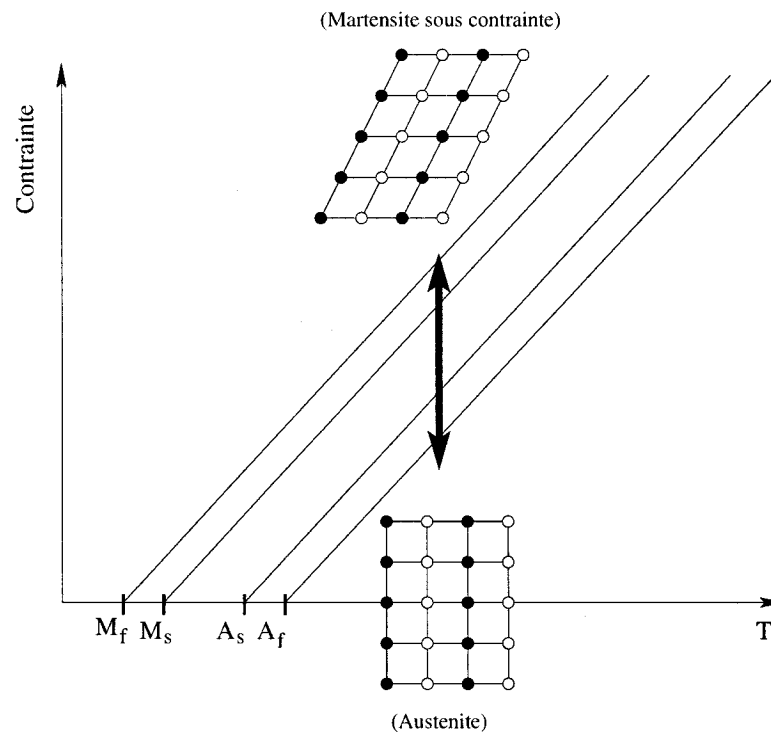


FIG. 1.4 Pseudo-élasticité. Induction d'une transformation de phase par une contrainte.

#### 1.4.1 Caractérisation des alliages à mémoire de forme

Le comportement des AMF sous contrainte ou variation thermique est plus compliqué que celui des métaux usuels. En général, il est nécessaire d'évaluer le comportement des AMF dans les situations où un changement de température est couplé avec une variation de contrainte appliquée. Certaines méthodes ne sont pas appropriées pour mesurer les températures de transformation de phase sous contrainte. Il est nécessaire d'utiliser une combinaison

de différentes techniques pour caractériser complètement le comportement du matériau (V. Brailovski et al., 2003).

principales et les caractéristiques à trouver avec ces techniques dans le tableau ??.

Dans notre recherche on a voulu mesurer les constantes d'élasticité. Ces mesures ont déjà été faites avec la technique d'écho pulsé ((T. Cernoch et al., 2004), (Michal Landa et al., 2004), (Marcelo Stipcich et al., 2004), (I. Delgadillo-Holtfort et al., 2003)) et avec la méthode de résonance rectangulaire de parallélépipède ((X. Ren et al., 2001) (X. Ren et al., 1999b), (X. Ren et al., 1999a) ) avec laquelle il est possible de faire des mesures avec des échantillons plus petits (ex. 2mm en longueur).

Jusqu'à présent, il n'y a pas eu de publications de mesures de constantes d'élasticité avec la méthode par laser ultrason, donnant la motivation à notre travail. Dans le chapitre suivant, on décrira la méthode utilisée dans la recherche en s'attardant sur la théorie et les caractéristiques qui font de cette méthode un outil fondamental dans la caractérisation des AMF au niveau industriel.

## 1.5 Conclusion

Les AMF sont des matériaux très spéciaux avec des caractéristiques uniques. Ils sont de plus en plus utilisés dans les domaines industriel, et médical et dans la vie courante, tant pour déplier les panneaux solaires des satellites que pour des lunettes super-flexibles pour les enfants (et quelques adultes). Les possibilités offertes par ces matériaux sont innombrables.

La transformation martensitique est à l'origine des propriétés des AMF. Celle-ci est un changement de phase qui est perçu comme un changement de forme (la transformation de phase est activée par un changement de température) ou comme une élasticité plus impor-



tante (une contrainte induit le changement de phase).

Les différentes techniques de caractérisation, petit à petit, ont été adaptées à ces matériaux. À notre connaissance, la technique laser ultrason n'a pas été appliquée à ce domaine et c'est l'objet de ce travail de recherche.

## CHAPITRE 2

### LASER ULTRASONS

Dans ce chapitre, nous présenterons les notions de base de la technique de caractérisation ultrasonore et en particulier la technique laser ultrasons. L'intention est seulement d'introduire les concepts nécessaires à la compréhension de ce mémoire. Pour une référence plus détaillée sur la technique laser ultrasons le lecteur peut se référer à Scruby et Drain (Scruby C.B and Drain L.E., 1990), et pour les ondes élastiques à Dieulesaint et Royer (E. Dieulesaint and D. Royer, 1974), qui sont tous deux des guides magnifiques.

#### 2.1 Introduction aux ultrasons

Une onde mécanique dans un matériau se propage avec une vitesse qui est caractéristique de ce matériau.

La technique de caractérisation par ultrasons consiste à étudier un matériau par la façon qu'ont les ondes ultrasonores de se propager en lui. Fondamentalement, la méthode se base sur la propagation des ondes ultrasonores dans l'objet à étudier et sur la mesure de la vitesse de ces ondes (M. Deschamps and C. Bescond, 1995) (J. D. Aussel and J. P. Monchalin, 1989).

##### 2.1.1 Ultrasons traditionnels vs Laser ultrasons

De toutes les façons de générer et de détecter les ultrasons, la plus populaire (pour sa simplicité et son coût) est l'utilisation d'un transducteur piézoélectrique. Les deux com-

posants piézoélectriques (générateur et récepteur) ont généralement besoin d'un couplage avec l'échantillon. Du point de vue pratique, l'utilisation d'une lame mince de couplant est la plus courante. Le couplage est le chaînon le plus faible dans la chaîne de mesure, il est la source de quelques problèmes :

- \* Le contact sans couplant (ou pas assez de couplant) ne donne pas de bons résultats, dû à une transmission inefficace.
- \* Une lame trop épaisse de couplant génère pertes et résonances.
- \* Une variation de l'épaisseur du couplant induit une variation dans la sensibilité et dans la bande passante.
- \* La vitesse de mesure est limitée pour maintenir un bon couplage.
- \* Le changement de couplant change la réponse du piézoélectrique.
- \* Les couplants ont une limite de température de travail.
- \* Les échantillons peuvent être affectés par le couplant (dégradation chimique, corrosion, etc..).

Il y a aussi des transducteurs sans contact qui n'ont pas besoin de couplant, les plus connus sont les EMAT «Electromagnetic acoustic transducer». Ils sont limités aux matériaux conducteurs et de la même façon que les piézoélectriques, la limite dans la taille des transducteurs impose une limite dans la forme et dans l'aire de travail sur l'échantillon.

Si on est prêt à sacrifier un peu de sensibilité et à payer un prix plus élevé, la technique laser ultrasons est une bonne alternative. Elle nous offre une méthode avec, entre autres, les avantages suivants :

- \* Il n'y a pas besoin de couplant (100% sans contact) ; tous les problèmes induits par le couplant sont par conséquent éliminés.
- \* Elle peut être utilisée sur des échantillons avec des formes complexes et dans des espaces où seulement un petit faisceau de lumière peut entrer.
- \* La réponse spectrale possède une large bande passante.

Dans les prochaines sections, nous insisterons sur la méthode de laser ultrasons puisqu'elle est la méthode utilisée dans la présente recherche.

## 2.2 Génération des ondes ultrasonores par impact laser

En général, une radiation incidente sur un échantillon solide est absorbée partiellement et en partie réfléchiée. La partie absorbée produit un incrément localisé de la température. La chaleur localisée engendre des contraintes et des deformations qui sont la source ultrasonore.

### 2.2.1 Distribution de température

La distribution de température, engendrée par une impulsion laser incidente sur un échantillon métallique qui commence à  $t = 0$ , est donnée par (voir Scruby (Scruby C.B and Drain L.E., 1990)) :

$$T(z, t) = \frac{2I_0\sqrt{kt}}{K} \text{ierfc} \left( \frac{z}{2\sqrt{kt}} \right) \quad (2.1)$$

où la fonction  $\text{ierfc}(a)$  est donnée par

$$\text{ierfc}(a) = \frac{1}{\sqrt{\pi}} e^{-a^2} - \frac{2a}{\sqrt{\pi}} \int_a^\infty e^{-x^2} dx \quad (2.2)$$

à  $t = t_0$  l'impulsion se termine, la distribution pour  $t > t_0$  devient :

$$T(z, t) = \frac{2I_0\sqrt{kt}}{K} \text{ierfc} \left( \frac{z}{2\sqrt{kt}} \right) - \frac{2I_0\sqrt{k(t-t_0)}}{K} \text{ierfc} \left( \frac{z}{2\sqrt{k(t-t_0)}} \right) \quad (2.3)$$

les constantes dans les équations 2.1 et 2.3 sont

TAB. 2.1 Constantes nécessaires pour faire le calcul d'incrément de température dû à l'impact laser.

$I_0$	Densité de puissance absorbée
$K$	Conductivité thermique
$k = K/\rho C$	Diffusivité thermique
$\rho$	Densité
$C$	Chaleur massique

Ce modèle est un modèle simplifié puisqu'il considère le faisceau laser comme s'il était uniforme sur l'aire d'impact <sup>1</sup>. Cette simplification est acceptable car, dans un premier temps, nous ne cherchons qu'à vérifier que la transformation de phase causée par l'incrément de température se limite à une région d'une profondeur négligeable par rapport à la profondeur totale de l'échantillon et n'intervient donc pas dans notre étude.

Le calcul de la distribution de température pour notre échantillon et le laser utilisé est inclus dans le chapitre 3. On peut conclure déjà que l'effet du changement de phase induit par le réchauffement est négligeable, comme prévu au départ pour être restreint à une couche trop mince en comparaison avec l'épaisseur de l'échantillon.

En fonction de l'intensité du faisceau, on peut obtenir différents régimes de génération d'ultrasons, décrits dans la section suivante.

### 2.2.2 Régimes de génération

Quand la puissance de la radiation est inférieure au seuil de dommage du matériau, on trouve que la génération des ultrasons est seulement due à la dilatation thermique. Ce ré-

---

<sup>1</sup>Le mode d'opération d'un laser définit la distribution d'énergie dans le faisceau. Par exemple, dans le mode fondamental, le faisceau est gaussien. Dans strictement tous les cas, il ne sera jamais uniforme comme dans le modèle.

gime est appelé **thermoélastique**. Ici, l'amplitude des signaux générés est proportionnelle, entre autres, au coefficient de dilatation thermique, à la profondeur de pénétration et à l'énergie absorbée.

Le régime **d'ablation** est obtenu quand l'énergie laser absorbée, qui est supérieure au seuil de dommage du matériau, vaporise une couche mince de matière et crée un plasma à la surface de l'échantillon. L'éjection de ces particules de matière va générer, par conservation de la quantité de mouvement, une force de recul intense dans le matériau qui constituera la source ultrasonore. De manière générale, le signal augmente avec l'énergie de l'impulsion laser. L'amplitude du signal de ce régime est la plus importante, mais il ne faut pas oublier que l'on endommage l'échantillon.

Le régime de génération **contrainte** correspond à une source thermoélastique <sup>2</sup> enfouie sous une substance solide et transparente à la radiation. L'expansion de la zone échauffée est contrainte par cette couche superficielle, modifiant la direction et l'amplitude du signal généré. Même si le volume d'expansion est contenu dans le milieu opaque, des ondes ultrasonores se propagent dans les deux milieux. Les multiples réflexions se produisant aux trois interfaces rendent l'analyse plus difficile.

Un cas très spécial est la génération par **claquage**. Elle est présente quand la surface exposée au laser a un coefficient de réflexion très élevé (98%). Au voisinage de la surface de l'échantillon, il y a une intensité locale quasiment doublée. Avec une grande intensité lumineuse, ce doublage d'intensité peut causer un claquage de l'air à cet endroit. Le plasma ainsi généré produit un effet de piston à la surface de l'échantillon, ce qui crée des déplacements ultrasonores (G. S. Taylora et al., 1990).

Dû à l'information qu'on a voulu extraire des mesures effectuées, on a besoin d'une am-

---

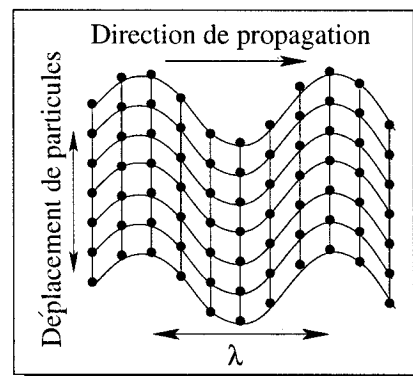
<sup>2</sup>Le dommage imposé par l'ablation sur le matériau recouvrant l'échantillon, fait que l'effet de génération par contrainte existe seulement dans les premiers tirs de laser. Après la génération devient un mélange de différents régimes.

plitude de signal considérable. Pour cette raison, le régime de génération d'ablation a été utilisé pendant les mesures. Des précautions, comme changer le point d'impact, ont été prises pour garantir que la variation d'épaisseur due à l'endommagement de surface induit par la vaporisation de l'échantillon n'affecte pas les mesures (voir le chapitre 4 pour plus de détails).

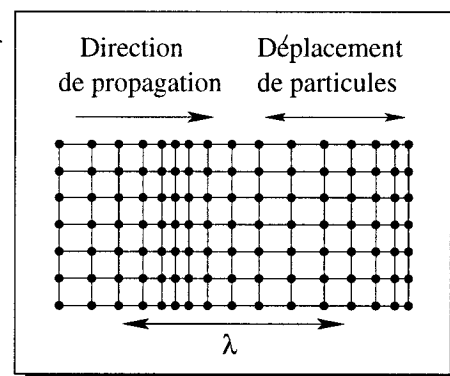
### 2.3 Ondes ultrasonores

Les ondes ultrasonores sont des ondes élastiques avec une fréquence supérieure à 20kHz. Quelques fois pour les identifier on parle du mode de propagation, mais il existe seulement deux types d'ondes fondamentales :

Les ondes transversales, appelées aussi ondes de cisaillement. Le déplacement des particules s'effectue perpendiculairement au vecteur d'onde. Le glissement des plans parallèles ne donne lieu à aucune variation de volume.



Les ondes longitudinales sont appelées ondes de compression. Elles sont caractérisées par un déplacement des particules parallèle à la direction de propagation, c'est-à-dire, par une polarisation colinéaire au vecteur d'onde. Le passage d'une onde longitudinale plane entraîne une variation de la distance entre les plans parallèles contenant les particules, si bien que le volume occupé par un nombre donné de particules varie.



Dans les fluides, il y a seulement des ondes longitudinales. Par contre dans les solides élastiques (la plupart des métaux et en particulier notre échantillon) il y a aussi des ondes transversales. Dans le cas de solides élastiques, le mouvement des particules peut être divisé en trois composantes perpendiculaires, une longitudinal et deux transversales pour une même direction de propagation.

Selon le type de structure de matériau, on peut faire quelques généralisations concernant l'onde longitudinale et les ondes transversales :

- \* Pour les matériaux anisotropes, excepté dans certaines directions de propagation particulières, aucune des trois ondes n'a sa polarisation colinéaire ou perpendiculaire à son vecteur d'onde. L'onde qui a le vecteur d'onde le plus proche de la direction de propagation est appelée «onde quasi-longitudinale», les deux autres ondes sont appelées «ondes quasi-transversales». Les vitesses de propagation sont différentes pour les trois ondes. L'onde quasi-longitudinale a la vitesse la plus grande.
- \* Si le matériau est isotrope, l'une des trois ondes sera toujours parallèle à la direction de propagation et sera l'onde longitudinale. Dû à l'isotropie du matériau, les deux ondes transversales seront égales et indiscernables, et auront donc la même vitesse, laquelle sera toujours inférieure à la vitesse de propagation de l'onde longitudinale.

On peut dire dès maintenant que notre échantillon est anisotrope avec un plan d'isotropie (Voir le chapitre 3 pour les caractéristiques d'isotropie de notre échantillon).

La répartition angulaire de l'amplitude des ondes longitudinale et transversales est différente et varie selon plusieurs paramètres (régime de génération, pénétration optique, taille du faisceau laser, etc...) (M. Dubois, 1994). Dans notre cas, on a fait une étude où les mesures ont toujours été effectuées à l'épicentre de génération dans la face opposée de l'échantillon (voir chapitre 4) ; on a eu seulement besoin de mesurer le déplacement pour identifier l'arrivée des ondes, sans tenir compte de l'effet de directivité.



## 2.4 Interféromètre hétérodyne

La procédure expérimentale pour la détection des ondes est décrite dans le chapitre 4. Ici, on présentera le principe de fonctionnement de l'instrument de mesure. Celui-ci est montré dans la figure 2.1.

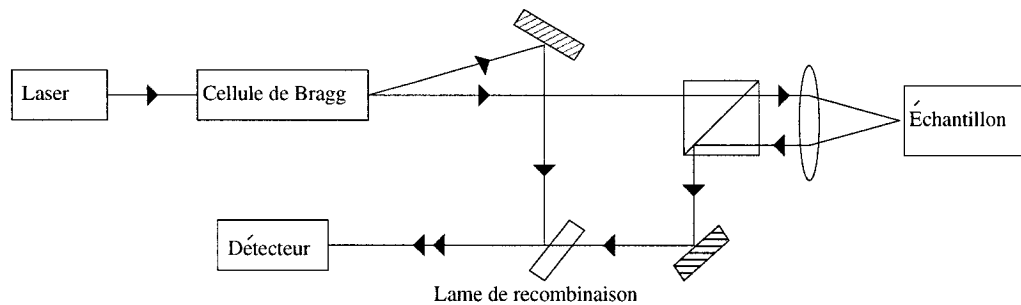


FIG. 2.1 Interféromètre hétérodyne utilisé pour la mesure de déplacement de l'échantillon dû à la vibration.

La cellule de Bragg est simplement un cristal qui oscille avec une fréquence  $f_{Bragg}$ . Quand le faisceau laser, avec une fréquence  $f_0$ , traverse le cristal, il subit un réseau de diffraction. L'ordre zéro de diffraction est le faisceau laser non modifié. Les autres ordres de diffraction vont posséder non seulement une direction de propagation différente, mais aussi une fréquence différente. La fréquence du premier ordre de diffraction (celui que l'on a pris dans notre cas) est donné par :

$$f_1 = f_0 + f_{Bragg} \quad (2.4)$$

$f_{Bragg}$  est la fréquence du cellule de Bragg. Ce faisceau est dirigé vers le détecteur pour l'utiliser comme faisceau de référence.

Le faisceau non dévié (ordre zéro) de fréquence initiale  $f_0$  est dirigé vers l'échantillon où il subit une réflexion et un changement en fréquence, et il est ensuite dirigé vers le détecteur où il y aura l'interférence avec le faisceau de référence.

La paroi de détection de l'échantillon sur laquelle le faisceau d'ordre zéro est réfléchi vibre

à cause des ondes ultrasonores qui traversent l'échantillon. Par effet Doppler, ce changement de position induit le changement de fréquence suivant

$$f_r = f_0 + \frac{vf_0}{c} \quad (2.5)$$

où  $v$  est la vitesse de déplacement de la surface et  $c$  est la vitesse de la lumière.

Sur le détecteur, l'interférence de deux faisceaux donne comme résultat un signal avec une fréquence d'enveloppe égale à :

$$\begin{aligned} f_{\text{enveloppe}} &= f_r - f_1 \\ &= -f_{\text{Bragg}} + \frac{vf_0}{c} \end{aligned} \quad (2.6)$$

En considérant que l'échantillon se déplace avec un mouvement sinusoïdal de fréquence du déplacement  $f_e$  et d'amplitude  $a$ , à la sortie de l'interféromètre on obtient :

$$\begin{aligned} V &= V_0 \cos \left( 2\pi \left( f_{\text{Bragg}} + \frac{vf_0}{c} \right) t \right) \\ &= V_0 \cos \left( 2\pi f_{\text{Bragg}} t + \frac{4\pi a}{\lambda_0} \cos(2\pi f_e t) \right) \end{aligned} \quad (2.7)$$

Si l'échantillon ne bouge pas ( $f_e = 0$ ), dans le domaine de fréquences, on obtient un pic à  $f_{\text{Bragg}}$ . Si l'échantillon oscille avec une amplitude  $a < \frac{1}{2}\lambda_0$ , le pic central restera à  $f_{\text{Bragg}}$  et deux nouveaux pics (un de chaque côté du  $f_{\text{Bragg}}$ ) seront formés à  $f_{\text{Bragg}} \pm f_e$ . Ces deux pics latéraux auront une intensité

$$V = V_0 \frac{2\pi a}{\lambda_0} \quad (2.8)$$

Avec l'aide d'un démodulateur, on retrouve l'amplitude associée aux pics et en comparant l'amplitude du pic central et des pics latéraux, on retrouve que le déplacement de la face arrière de notre échantillon est donné par  $R = \frac{2\pi a}{\lambda_0}$  (voir figure 2.2)

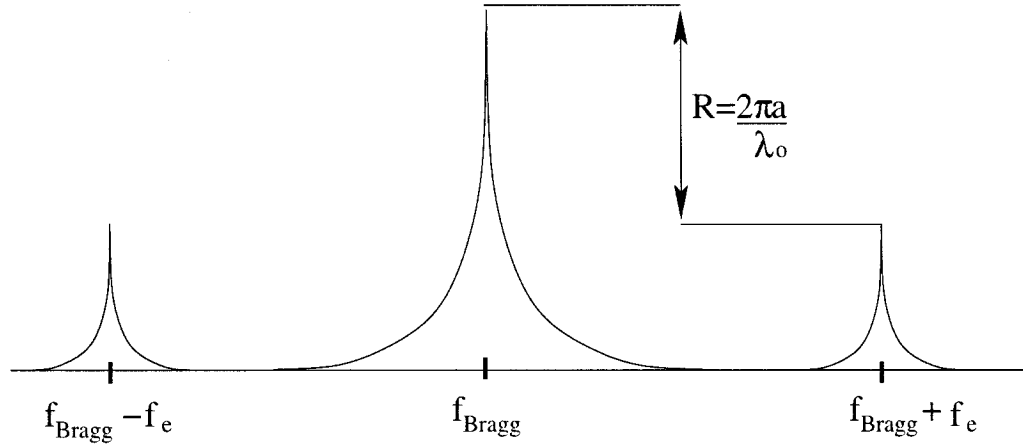


FIG. 2.2 Réponse en fréquence pour un déplacement  $a$  de l'échantillon.

## 2.5 Problème inverse

Pour trouver la relation entre les vitesses de propagation et les constantes d'élasticité du matériau, il faut suivre le développement mathématique de la propagation des ondes dans le solide.

Le mouvement de la particule « $i$ » de coordonnées initiales  $x_k$ , qui se déplace d'une quantité  $u_i$ , peut être exprimé en fonction du temps comme  $u_i = u_i(x_k)$ . L'équation de mouvement pour cette particule est :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_j \partial x_k} \quad (2.9)$$

En cherchant la solution sous la forme d'une onde plane progressive se propageant dans la direction définie par le vecteur unitaire  $\vec{n}(n_1, n_2, n_3)$ , on arrive à l'équation de Christoffel qui s'écrit :

$$\Gamma_{il} u_l^o = \rho V^2 u_i^o \quad (2.10)$$

où  $V$  est la vitesse de phase de l'onde et  $u_i^o$  sa polarisation. Le tenseur de second ordre est :

$$\Gamma_{il} = c_{ijkl} n_j n_k \quad (2.11)$$

L'équation 2.10 montre que la polarisation  $u_i^o$  est un vecteur propre du tenseur  $\Gamma_{il}$  avec comme valeur propre  $\gamma = \rho V^2$ .

Ainsi, les vitesses et les polarisations des ondes planes se propageant suivant une direction  $\vec{n}$  dans un cristal de rigidité  $c_{ijkl}$  s'obtiennent en cherchant les valeurs propres et les vecteurs propres du tenseur  $\Gamma_{il}$ . Il y a, en général, pour une direction donnée, trois vitesses de propagation, qui sont les racines de l'équation :

$$|\Gamma_{il} - \rho V^2 \delta_{il}| = 0 \quad (2.12)$$

À chacune de ces vitesses correspond un vecteur propre définissant la direction du déplacement de matière (polarisation de l'onde). Comme on l'a déjà mentionné (section 2.3), dépendant de la direction de propagation, il s'agit des ondes longitudinale ou transversales.

Selon la symétrie du matériau, on peut simplifier le problème pour les matériaux isotropes et anisotropes. Dans notre cas, on a un matériau avec des propriétés mécaniques axisymétriques (isotrope-transverse). Ici tous les plans passant par l'axe de symétrie (plans méridiens) sont équivalents du point de vue des propriétés élastiques. Pour la même raison, dans un plan perpendiculaire à l'axe, les vitesses sont indépendantes de la direction de propagation. Pour les calculer, on a besoin des composants du tenseur  $\Gamma_{il}$  de ce système axisymétrique :

$$\begin{aligned}
\Gamma_{11} &= c_{11}n_1^2 + c_{66}n_2^2 + c_{44}n_3^2 \\
\Gamma_{12} &= (c_{12} + c_{66})n_1n_2 \\
\Gamma_{13} &= (c_{13} + c_{44})n_1n_3 \\
\Gamma_{22} &= c_{66}n_1^2 + c_{11}n_2^2 + c_{44}n_3^2 \\
\Gamma_{23} &= (c_{13} + c_{44})n_2n_3 \\
\Gamma_{33} &= c_{44}(n_1^2 + n_2^2) + c_{33}n_3^2
\end{aligned} \tag{2.13}$$

avec

$$c_{66} = \frac{c_{11} - c_{12}}{2} \tag{2.14}$$

Dans ce tenseur il y a seulement cinq constantes d'élasticité indépendantes. Pour trouver ces constantes en mesurant les vitesses on peut choisir n'importe quelle direction de propagation, mais pour simplifier les calculs, on choisit des directions qui sont dans les directions principales du système axisymétrique.

Pour une première onde qui se propage dans la direction [001] il y aurait :

- \* Une onde longitudinale de vitesse  $V_1 = \sqrt{c_{33}/\rho}$
- \* Une onde transversale de vitesse  $V_2 = \sqrt{c_{44}/\rho}$

Pour une onde qui se propage dans la direction [100] il y aurait :

- \* Une onde longitudinale de vitesse  $V_1 = \sqrt{c_{11}/\rho}$
- \* Une onde transversale de vitesse  $V_2 = \sqrt{c_{66}/\rho}$  de polarisation perpendiculaire au [001]
- \* Une deuxième onde transversale de vitesse  $V_3 = \sqrt{c_{44}/\rho}$  de polarisation parallèle au [001]

On a maintenant trouvé quatre des cinq constantes d'élasticité. La constante qui manque est la constante  $c_{13}$ . Il est possible de la trouver en choisissant une direction de propagation non parallèle aux directions principales du système, mais du point de vue expérimental

il est plus difficile (mais correct) de mesurer les vitesses<sup>3</sup> qui ne seront pas parallèles ni perpendiculaires à la direction de propagation. Et surtout, les vitesses mesurées seront les vitesses de groupe qui, dans ce cas, ne seront plus égales aux vitesses de phase, nécessaires pour le calcul de la constante.

## 2.6 Conclusion

En mesurant les vitesses de propagation des ondes ultrasonores dans un matériau, on peut extraire les informations sur les caractéristiques du matériau. Il y a plusieurs façons de produire et de détecter ces ondes. Dans notre cas on a utilisé les ondes générées par laser et la détection a été faite avec un interféromètre hétérodyne.

Il y a trois régimes fondamentaux de génération d'ondes ultrasonores par laser et l'on a choisi le régime de génération par ablation. Même s'il impose un certain niveau de dommage à notre échantillon, on a besoin d'un signal fort, seulement présent dans ce régime.

Les ondes ultrasonores qui se propagent dans un solide élastique peuvent être longitudinales ou transversales, les vitesses des ondes sont reliées aux constantes élastiques du matériau. Dans notre cas, nous avons un solide avec une structure axisymétrique. Pour une telle structure, on a les relations suivantes :

Direction de propagation	Polarisation	Vitesse
Z	Longitudinale ( $\parallel Z$ )	$\sqrt{\frac{c_{33}}{\rho}}$
	Transversale ( $\perp Z$ )	$\sqrt{\frac{c_{44}}{\rho}}$
$\perp Z$	Longitudinale ( $\perp Z$ )	$\sqrt{\frac{c_{11}}{\rho}}$
	Transversale ( $\perp Z$ )	$\sqrt{\frac{c_{11}-c_{12}}{2\rho}}$
	Transversale ( $\parallel Z$ )	$\sqrt{\frac{c_{44}}{\rho}}$

<sup>3</sup>Les vitesses deviennent quasi-longitudinale et quasi-transversale

## CHAPITRE 3

### ÉCHANTILLONS DE NITI

Dans ce chapitre, on présente les caractéristiques de notre échantillon. On justifiera, pour notre échantillon, l'approximation d'une structure axisymétrique à partir de sa symétrie géométrique et de la méthode de fabrication. On fera le calcul de la distribution de température engendrée par l'impulsion laser incidente sur notre échantillon. Les précautions nécessaires lors de la coupe du matériau seront présentées. On ajoutera quelques remarques liées à l'effet d'un traitement mécanique ou thermique non approprié sur les propriétés de mémoire de forme ou de pseudo élasticité du matériau. Finalement, on décrira les échantillons utilisés lors de notre recherche.

#### 3.1 Caractéristiques

Notre matériau est une barre d'alliage 50%Ni-50%Ti, don de Special Metals Corporation.

La barre fait un pouce de diamètre et un pied de longueur. Elle est laminée à chaud, redressée, rectifiée sans centre et recuite à 94 °C.

Les caractéristiques du matériau spécifiées par le manufacturier sont incluses dans les tables 3.1, 3.2 et 3.3 :

TAB. 3.1 Propriétés Physiques de notre échantillon de NiTi

Point de fusion	1310 °C
Densité	6,5g/cm <sup>3</sup>
Conductivité thermique	
Austénite	0,18 watt/cm- °C
Martensite	0,086 watt/cm- °C
Coefficient de dilatation thermique :	
Austénite	11,0x10 <sup>-6</sup> / °C
Martensite	6,6x10 <sup>-6</sup> / °C
Chaleur spécifique	0,20 cal/mg- °C
Résistivité électrique :	
Austénite	100x10 <sup>-6</sup> ohm-cm
Martensite	80x10 <sup>-6</sup> ohm-cm

TAB. 3.2 Propriétés mécaniques de notre échantillon de NiTi

Module d'élasticité (de Young) :	
Austénite	120 GPa
Martensite	50 GPa
Limite d'élasticité :	
Austénite	379 MPa
Martensite	138 MPa
Tension de rupture	690 - 1380 MPa
Élongation	20 - 40 %



TAB. 3.3 Propriétés de mémoire de forme de notre échantillon de NiTi

Transformation de phase (résultats issus de cette étude) :	
$A_s$	90 °C
$A_f$	110 °C
$M_s$	85 °C
$M_f$	70 °C
Chaleur latente de transformation :	5,78 cal/gm
Déformation recouvrable au niveau de la mémoire de forme	6,5 - 8,5%
Déformation pseudo-élastique recouvrable	jusqu'à 8%
Résistance à la fatigue de transformation :	
Au 6% de déformation	Quelques centaines de cycles
Au 2% de déformation	$10^5$ cycles
Au 0.5% de déformation	$10^7$ cycles

### 3.1.1 Symétrie

L'échantillon est de forme cylindrique. On appellera l'axe de rotation du cylindre «Z» et les deux axes transversaux «X» et «Y».

La façon de fabriquer l'échantillon donne, autour de l'axe Z, une symétrie de rotation pas seulement du point de vue géométrique, cette symétrie se retrouve aussi dans les propriétés mécaniques. Les axes X et Y peuvent être choisis arbitrairement, avec seules conditions qu'ils soient perpendiculaires à l'axe Z et perpendiculaires entre eux.

Ce choix arbitraire des axes X et Y vient du fait qu'ils définissent, un plan d'isotropie, pour lequel les propriétés sont les mêmes quelle que soit la direction sélectionnée. Par contre, les propriétés dans les directions non contenues dans ce plan auront une forte dépendance avec la direction choisie.

Par cette symétrie de propriétés mécaniques, il est possible de supposer que la structure

interne de notre échantillon est axisymétrique. Cette approximation est suffisante pour permettre de faire le calcul des relations des constantes élastiques en fonction de la propagation des ondes (voir section 2.5). Aussi elle permet de faire le choix de directions de mesure, pour lesquelles la vitesse de phase des ondes élastiques est égale à la vitesse de groupe.

On a mesuré quatre vitesses dans deux directions de propagation particulières pour lesquelles les ondes longitudinales étaient parallèles à la direction de propagation. Ces mesures sont deux vitesses avec la propagation selon l'axe Z et deux vitesses pour lesquelles la propagation est faite dans un axe perpendiculaire à Z (plan d'isotropie X,Y).

### **3.2 Distribution de température**

Pour faire le calcul de l'augmentation de température due à l'impulsion laser décrite dans la section 2.2, les constantes nécessaires se trouvent dans les tableaux 3.1, 3.2 et 3.3 à l'exception de la densité de puissance absorbée.

#### **3.2.1 Densité de puissance incidente sur l'échantillon**

La densité de puissance revient à la puissance incidente sur l'échantillon divisée par l'aire du faisceau (la puissance est confinée à cette aire).

Pour ce calcul on fera quelques approximations, mais en tout temps les approximations donneront des résultats supérieurs à ceux que des valeurs réelles nous donneraient. La justification est simple : si l'incrément de température calculé est satisfaisant <sup>1</sup> pour cette valeur trouvée avec les approximations, il le sera encore plus avec la valeur réelle.

---

<sup>1</sup>Dans ce contexte, par satisfaisant on veut dire que la température induit une transformation de phase dans une couche d'épaisseur négligeable en comparaison de la taille de notre échantillon

### 3.2.1.1 Taille du faisceau

Pour trouver la taille du faisceau incident sur l'échantillon, il faut évaluer la propagation du faisceau depuis la sortie du laser. Pour une description détaillée de la propagation des ondes gaussiennes, le lecteur peut se référer à Bahaa, Saleh et Malvin (Bahaa E.A. Saleh and Malvin Carl Teich, 1991). Ici on montrera seulement les calculs de base utilisés pour trouver la taille du faisceau.

Un faisceau laser qui traverse une lentille se comporte comme le montre la figure 3.1

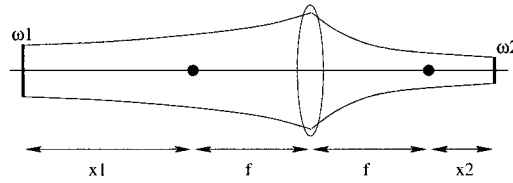


FIG. 3.1 Comportement d'un faisceau gaussien qui travers une lentille.

$\omega_1$  et  $\omega_2$  sont les étranglement maximums («waist») du faisceau gaussien et ils suivent l'équation suivante :

$$x_2 = \frac{x_1 f^2}{x_1^2 + Z_{R1}^2} \quad (3.1)$$

Ou  $Z_R = \frac{\pi \omega^2}{\lambda}$

La grossissement est donné par l'équation suivante :

$$M_T = \left| \frac{\omega_2}{\omega_1} \right| = \left( \frac{x_2}{x_1} \right)^{1/2} \quad (3.2)$$

Dans notre cas, l'étranglement du faisceau se trouve à la sortie du laser et a une taille de 2,5 mm, la distance qui sépare le laser de la lentille condensatrice ( $x_1 + f$ ) est de 2,3 m et la lentille utilisée a une distance focale de 10 cm ; la longueur d'onde ( $\lambda$ ) du laser est

de 1064 nm. Pour  $x_1=2,2$  m, l'équation 3.1 nous amène à trouver  $x_2=0,06$  mm et avec le grossissement (équation 3.2) on trouve  $w_2 = 13,4 \mu m$

Notre échantillon a été placé à 6,5 cm de la lentille, il est à 6,56 cm devant  $w_2$ . Pour calculer le rayon du faisceau on utilise l'équation suivante :

$$\omega(z) = \omega_2 \left[ 1 + \left( \frac{z}{Z_{R2}} \right)^2 \right]^{1/2} \quad (3.3)$$

Avec  $z=6,56$  cm, on trouve  $\omega=1,6$  mm, on évalue donc l'aire du faisceau sur l'échantillon à  $8,4 \text{ mm}^2$

### 3.2.1.2 Puissance de la radiation

Pour calculer la puissance, on suppose que le faisceau a une énergie constante et égale à l'énergie maximale pendant la durée totale de l'impulsion<sup>2</sup>.

L'énergie maximale du faisceau est de 130mJ et l'impulsion laser a une durée de 16ns. La puissance est  $P = E/t$  ou « $E$ » est l'énergie de l'impulsion laser et « $t$ » est sa durée. Avec nos données, on obtient une puissance de 8,125MW.

### 3.2.1.3 Densité de puissance

Comme on a déjà mentionné, la densité de puissance est la puissance divisée par l'aire sur laquelle le faisceau est concentré. En faisant le calcul, on obtient  $I = 9,6 \times 10^{11} \text{ W/m}^2$ .

En utilisant directement l'aire d'impact de notre faisceau laser, on prend la puissance maximale comme constante sur la totalité de l'aire considérée. On néglige le fait que la distri-

---

<sup>2</sup>Une telle approximation donne une puissance supérieure à la puissance réelle.

bution est gaussienne et non uniforme sur toute l'aire d'impact<sup>3</sup>.

La densité de puissance absorbée est le pourcentage non réfléchi par l'échantillon. On évalue, de façon conservatrice, à 90% le coefficient de réflexion. Ainsi, 10% ( $I = 9,6 \times 10^{10} \text{W/m}^2$ ) de la puissance est absorbée<sup>4</sup>.

### 3.2.2 Incrément de température

Les valeurs des constantes nécessaires pour faire le calcul expliqué dans la section 2.2 sont dans notre cas

TAB. 3.4 Valeurs des constantes utilisées pour le calcul.

$I_0 = 9,6 \times 10^{10} \text{W/m}^2$	Densité de puissance absorbée
$K_a = 180 \text{W/(m K)}$	Conductivité thermique de l'austénite
$K_m = 86 \text{W/(m K)}$	Conductivité thermique de la martensite
$\rho = 6.5 \times 10^3 \text{kg/m}^3$	Densité
$C = 836 \text{J/(kg K)}$	Chaleur massique

Dans la phase austénite, l'incrément de température vs le temps pour différentes profondeurs dans l'échantillon est montré à la figure 3.2.

L'incrément de température est significatif dans les premiers 200 ns après l'impact pour les profondeurs inférieures à deux microns. On trouve un maximum proche de 420 K à la surface ( $0 \mu\text{m}$ ). À deux microns, il n'atteint pas un incrément supérieur à 50K, même après 50 ns.

<sup>3</sup>Cette approximation nous donne une densité de puissance plus grande que la réelle parce que, à des endroits différents du centre de l'impact, la puissance est moins grande.

<sup>4</sup>En général, pour les métaux 98% de la radiation incidente est réfléchi, l'approximation qu'on a prise donne une valeur plus grande que la valeur réelle.

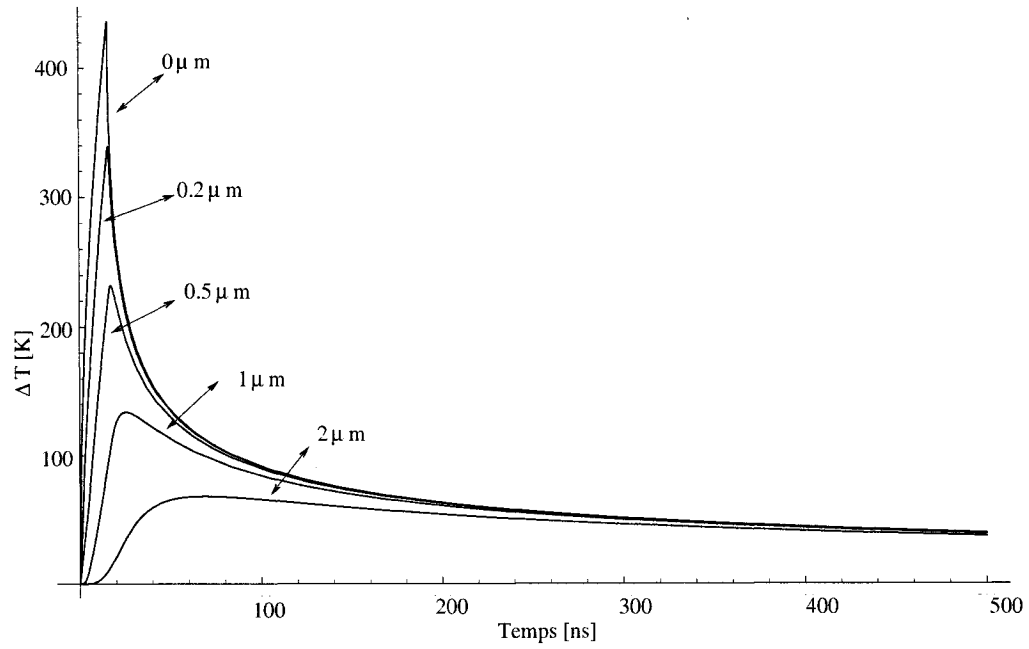


FIG. 3.2 Incrément de température de l'austénite vs Temps.

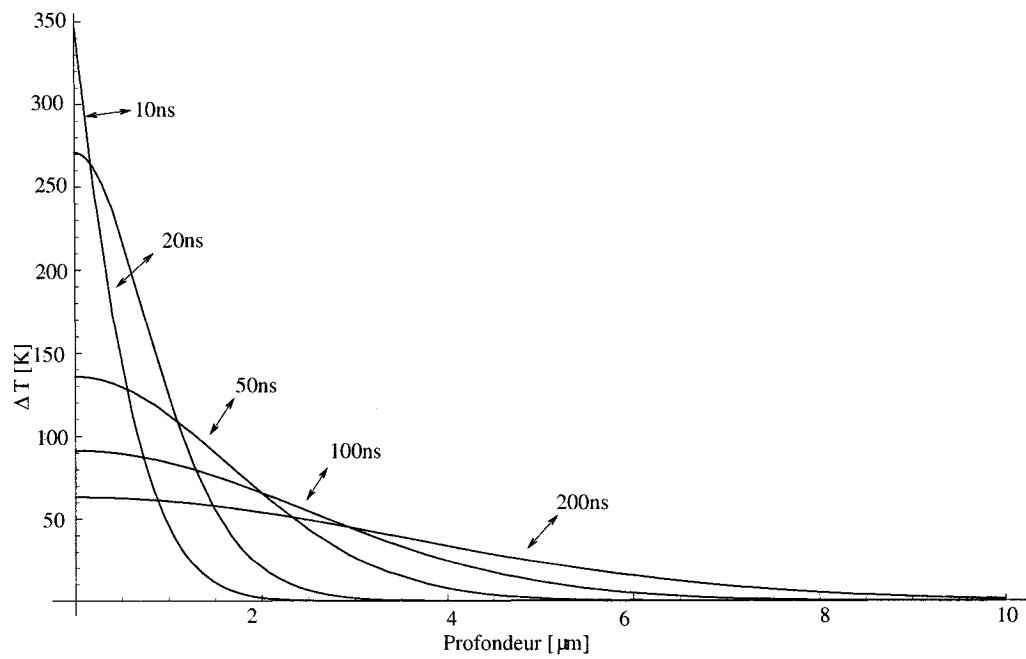


FIG. 3.3 Incrément de température de l'austénite vs Profondeur.

L'incrément de température vs la profondeur pour différents temps est montré à la figure 3.3.

Dans les premiers 10 ns, l'incrément est important jusqu'à 1 micron. À 100 ns de l'impact, l'incrément est significatif jusqu'à 4 microns. À 10 microns de profondeur, même après un temps supérieure ou égal à 200 ns, l'incrément reste négligeable.

Un changement de phase entre la martensite et l'austénite peut être induit par un incrément de température. Nous tirons des résultats que ce changement est confiné à une petite couche de matériau de 10  $\mu m$  d'épaisseur.

L'incrément de température important pour nous est dans la phase martensite, parce qu'il peut introduire un changement de phase, tandis que dans la phase austénite, un incrément n'introduit pas un deuxième changement de phase.

Toutefois, il demeure intéressant de voir jusqu'à quelle profondeur un incrément de température significatif se produit dans la phase martensite.

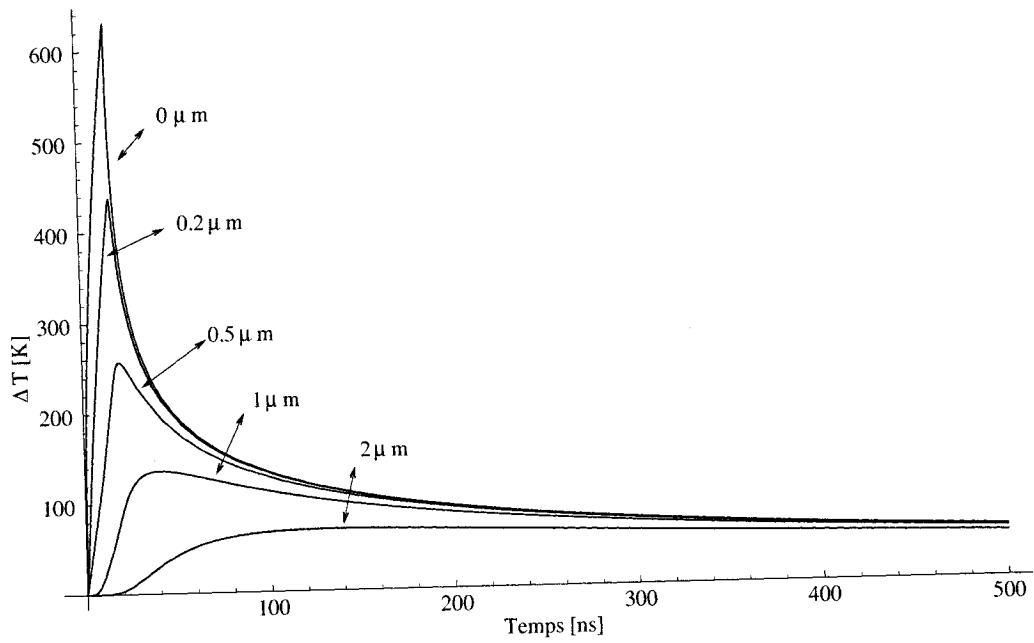


FIG. 3.4 Incrément de température de la martensite vs Temps.

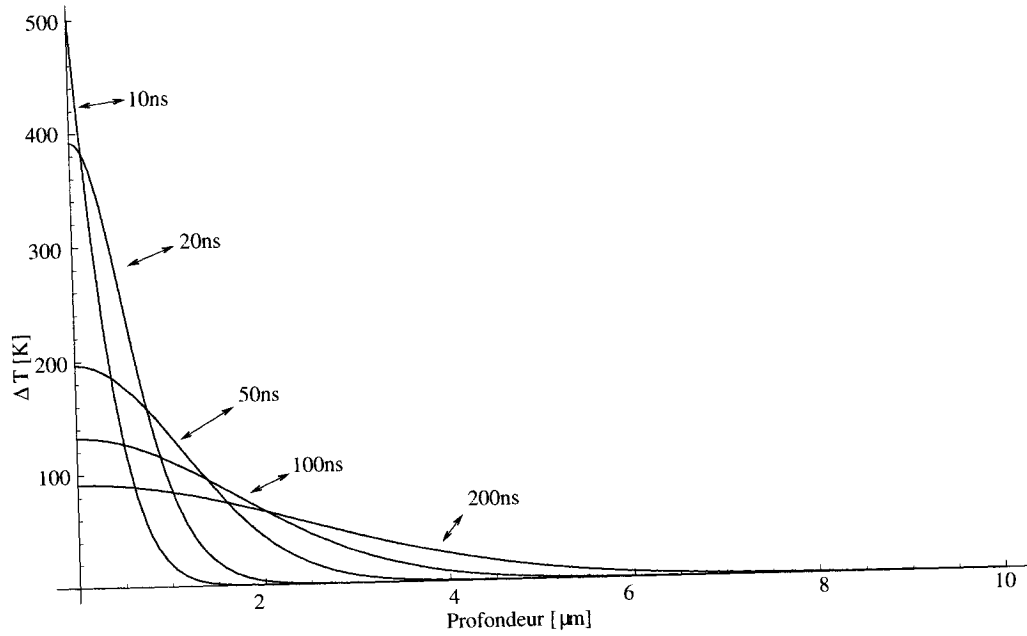


FIG. 3.5 Incrément de température de la martensite vs Profondeur.



Dans la figure 3.4, on peut voir que l'incrément de température à la surface ( $0\mu m$ ) est plus élevé dans la phase martensite : il arrive jusqu'à 640K. Puis, après 10 microns, comme dans la phase austénite, il devient négligeable.

La figure 3.5 nous montre que l'incrément de température significatif n'atteint pas la même profondeur que dans la phase austénite. Par exemple à 50ns, il arrive seulement jusqu'à 2,5 microns, tandis que dans la phase austénite, il était arrivé jusqu'à 4 microns.

Dans la phase martensite, l'incrément de température est supérieur à celui dans la phase austénite, mais il est confiné à une couche plus mince.

Étant donné que l'incrément de température est confinée à une couche négligeable en comparaison de la taille de notre échantillon, on ne le tiendra pas en compte dans nos mesures.

### 3.3 Manipulation

Lors de la coupe de la barre, pour obtenir des échantillons mieux adaptés à nos mesures, l'application de contraintes et de changements de température peut induire un changement non désiré des propriétés de l'échantillon. Les traitements thermomécaniques sont en fait un combinaison spécifique de contraintes et de changements de température.

On veut que les échantillons aient les mêmes propriétés que la barre originale de matériau. À cette fin, il faut veiller lors du coupage, à ce que les températures ne dépassent pas la température critique au-delà de laquelle le matériau se pourrait changer ses propriétés. Il faut aussi s'assurer que les contraintes exercées pendant le coupage soient les plus petites possible (F. Trochu et al., 1994).

Afin de garantir que le coupage n'occasionne pas un traitement thermomécanique non désiré, on a choisi un usinage par électro-érosion. Cette méthode est décrite, selon le grand dictionnaire terminologique (Office québécois de la langue française, ), comme :

Procédé d'usinage qui utilise l'action thermique produite par la décharge d'une étincelle électrique (1 200 °C) pour enlever le métal. L'action de coupe est instantanée et le refroidissement est assuré par un liquide isolant (diélectrique) remplissant l'espace traversé par l'étincelle entre l'électrode et la pièce à usiner. L'électrode ou outil de coupe (en laiton, cuivre électrolytique ou alliage molybdène) est relié à la borne négative d'un condensateur et n'est séparé de la pièce à usiner (+) que par l'entrefer de l'étincelle qui doit être aussi faible que possible. Quant au liquide diélectrique, il est à base de vaseline, paraffine ou hydrocarbure, constamment renouvelé pour évacuer les particules métalliques généralement sphériques, qui se sont formées par condensation de la vapeur métallique produite par l'étincelle. La précision d'usinage est fonction de l'entrefer d'étincelle et, par suite, de la tension de fonctionnement du dispositif (généralement comprise entre 30 et 110 volts). Le procédé d'usinage par électro-érosion est utilisé pour tous les métaux durs qui ne peuvent être usinés par les méthodes classiques : carbures métalliques, cermets, acier trempé, alliages réfractaires. On l'emploie dans les opérations de perçage, rectification, alésage, tournage, filetage, affûtage, etc.

### 3.3.1 Coupage

Comme mentionné dans la section 3.1.1, on doit mesurer des vitesses dans l'axe «Z» et dans un axe perpendiculaire «X».

Dans la figure 3.6, on peut voir un schéma des morceaux qui ont été coupés dans la barre pour obtenir les échantillons avec lesquels on a fait les mesures.

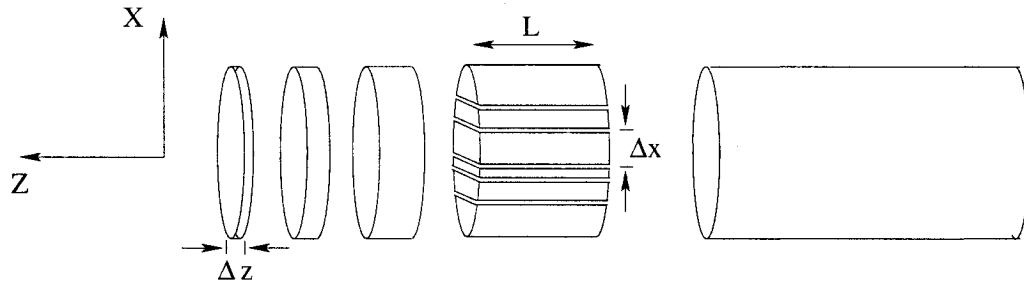


FIG. 3.6 Coupage de notre échantillon.

Pour les mesures des vitesses dans l'axe «Z», on a fait couper des rondelles avec les épaisseurs suivantes :  $\Delta Z=1,75, 2,75, 4,75$  et  $5,03$  mm (trois rondelles pour chaque  $\Delta Z$ ).

Pour les mesures de vitesses dans l'axe «X», on a fait couper un morceau de longueur «L» de  $25,4$  mm et de celle-ci, on a pris quatre lamelles avec des épaisseurs de  $\Delta X=0,5$  et  $1$  mm (deux de chaque épaisseur).

### 3.4 Conclusion

Étant donné la symétrie de notre échantillon, on a déduit qu'il possède une structure axi-symétrique. C'est pour cette raison qu'il est seulement nécessaire de ne prendre que deux mesures, soit une dans l'axe de symétrie «Z» et une dans un axe «X» arbitraire perpendiculaire à celui-ci.

Le calcul de l'incrément de température dû à l'impact laser montre que cet incrément est significatif. Aussi quand on se trouve dans la phase martensite, il induit un changement de phase vers la phase austénite dans une couche de  $10$  microns d'épaisseur. Cette épaisseur est petite en comparaison de la taille de notre échantillon, et on peut donc négliger cet effet sur nos mesures, effet qui pourrait générer des réflexions des ondes ultrasonores à l'interface.

Étant donné les précautions qu'il faut prendre pendant le coupage de nos échantillons, on a choisi le coupage par électro-érosion, lequel n'introduit pas des contraintes qui peuvent causer des changements permanents dans les propriétés de notre échantillon.

## CHAPITRE 4

### PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

#### 4.1 Introduction

Dans ce chapitre on montrera quels sont les appareils utilisés pour les mesures et on expliquera les procédures expérimentales suivies pour la prise de mesure.

On introduira les différentes sortes de laser utilisées dans le domaine du laser ultrason, tant pour la génération des ondes ultrasonores que pour leur détection.

Nous désirons préciser les précautions prises pour diminuer les effets des erreurs expérimentales :

- \* Hystérésis
- \* Dilatation de l'échantillon
- \* Diminution de l'épaisseur due à l'ablation
- \* Alignement des points de génération et de réception des ultrasons

Finalement on fait le suivi des événements qui font partie de la prise d'une mesure et aussi le protocole qui a été suivi pour garantir que toutes les mesures sont prises de la même façon. On fait la moyenne des mesures pour chaque température. Ceci permet de réduire les erreurs aléatoires, laissant principalement les erreurs systématiques.

## 4.2 Lasers

### 4.2.1 Génération

La génération d'ultrasons par impulsion lumineuse nécessite une intensité entre  $10^4$  et  $10^6$   $Wcm^{-2}$  en régime thermoélastique et de plus de  $10$   $MWcm^{-2}$  en régime d'ablation. La durée de l'impulsion doit être de 1 à 100 ns, pour rester dans le domaine des ultrasons en contrôle non destructif.

Des intensités aussi élevées ne peuvent pas s'obtenir avec des sources de lumière conventionnelles. Il est nécessaire d'utiliser un laser pour les atteindre.

La génération d'ultrasons n'impose pas de grosses restrictions à la source laser. La longueur d'onde, la monochromaticité et la cohérence ne sont pas des facteurs critiques, comme on l'a déjà mentionné. L'unique condition à considérer est celle d'avoir une grande puissance dans un temps relativement court.

Les types de laser utilisés pour la génération des ultrasons sont :

- \* Les lasers à gaz.
- \* Les lasers à état solide.
- \* Les lasers à semi-conducteur.

Le laser utilisé, disponible au laboratoire, est un laser Nd :YAG pulsé Q-Switch Spectron SL-801, composé d'un oscillateur et d'un amplificateur. Ce laser peut être doublé, triplé ou quadruplé. Il émet à 1064 nm à la fréquence de base et la durée de l'impulsion à mi-hauteur est de 16 ns. L'énergie maximale de l'impulsion est de 130 mJ. La fréquence de répétition peut varier de 0,1 Hz à 50 Hz par pas de 0,1Hz.

#### 4.2.1.1 Paramètres d'utilisation

Nous avons pris les mesures en régime d'ablation, le laser de génération a été utilisé près de son énergie maximale.

La fréquence de répétition des impulsions laser est une variable à optimiser. Il est important de considérer qu'une augmentation de la fréquence peut venir réchauffer plus que prévu notre échantillon. Si on utilise une fréquence très élevée, on risque de faire en sorte que la couche d'échantillon qui se réchauffe avec l'impulsion soit plus significative que celle dont nous avons discuté dans la section 3.2. La conclusion que cette couche serait négligeable n'est alors plus valable. Nous avons utilisé une fréquence de répétition de 5 Hz, ce qui donne un intervalle de 200 ms entre deux impulsions. Cette valeur est 400 fois celle utilisée dans le calcul de réchauffement, soit 500 ns, ce qui nous assure qu'on est loin de chauffer plus que voulu notre échantillon.

#### 4.2.2 Détection

Au contraire de la génération, la réception des ultrasons est fortement dépendante de toutes les propriétés des lasers :

- \* Monocromaticité
- \* Cohérence
- \* Directionnalité
- \* Haute densité de puissance

Quelques lasers à gaz et à état solide sont populaires pour la détection. Le laser le plus utilisé est le HeNe mais il manque de puissance ; les autres sources comme les Nd :YAG offrent des alternatives qui remplissent tous les critères.

Le laser utilisé pour la détection des ultrasons est un laser continu de «LightWave Electronics» de la série 142, il émet à une longueur d'onde de 532 nm. C'est un laser Nd :YAG

composé d'une cavité en anneau à une seule fréquence, émettant à 1064 nm. Ce signal est ensuite doublé par un cristal pour obtenir une sortie à 532 nm.

Le système de détection utilisant ce laser est expliqué à la section suivante.

### **4.3 Sonde pour la détection d'ultrasons**

Il y a plusieurs méthodes optiques pour la détection des ondes ultrasonores. On peut les classer en non-interférométriques et interférométriques.

Dans les techniques non-interférométriques, on peut mentionner :

- \* Technique de lame de couteau
- \* Technique de réseau de surface
- \* Technique basée en réflexion
- \* Technique basée sur la filtration de la lumière

Aussi, dans les méthodes interférométriques, il y a plusieurs autres possibilités :

- \* Méthode différentielle
- \* Vélométrie
- \* Photoréfractive

Nous avons utilisé la méthode différentielle dans nos travaux de recherche.

#### **4.3.1 Méthode différentielle**

Une source d'information sur les méthodes différentielles pour la détection des ultrasons est Monchalin (Monchalin Jean-Pierre, 1986) ; le lecteur est invité à la consulter pour une explication plus en détail.

Les méthodes interférométriques différentielles se basent sur l'interférence due à la diffé-



rence de chemin optique ; ce dernier est sensible au déplacement de la surface à étudier. Ces techniques ont une configuration semblable à celle du schéma montré à la figure 4.1

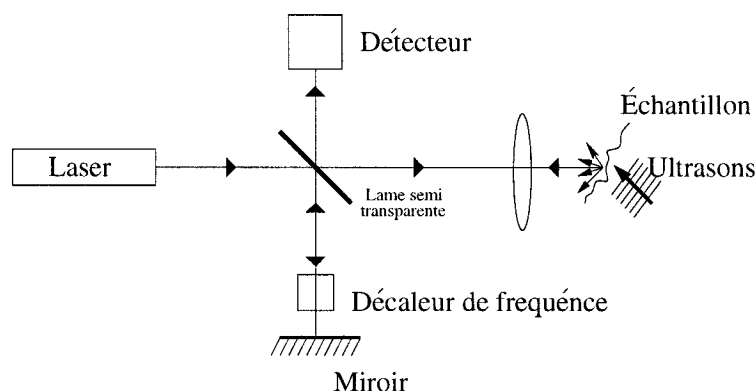


FIG. 4.1 Configuration expérimentale des méthodes différentielles.

La figure 4.1 montre un interféromètre de Michelson, mais les techniques peuvent être basées sur d'autres interféromètres (Mach-Zehnder, Fiseau, etc...), tous avec la caractéristique que la surface de l'échantillon soit un des miroirs. Les techniques sans décaleur de fréquence sont appelées homodynes ; avec décaleur, elles sont appelées hétérodynes.

Le limite de sensibilité est de  $10^{-6} \text{Å} (W/Hz)^{1/2}$  pour les surfaces avec fini miroir et  $10^{-6} \text{Å} (W_{sr}/Hz)^{1/2}$  pour les surfaces qui diffusent d'une façon isotropique.

Nous avons utilisé une sonde «Ultra Optec» de model OP-35-0 pour la détection des ultrasons. Le principe de fonctionnement de ce dispositif a été mentionné à la section 2.4 et la configuration de son système optique est montré dans la figure 2.1 qui correspond à un interféromètre de Mach-Zehnder. Après le détecteur, le système a un démodulateur qui a une sortie de voltage proportionnelle au déplacement de la surface.

### 4.3.2 Vélométrie

Comme son nom l'indique, la méthode mesure la vitesse du déplacement de l'échantillon. À la différence de la méthode différentielle, cette méthode est moins sensible aux vibrations de l'environnement, c'est pourquoi elle est plus convenable pour les applications industrielles.

La technique utilise un interféromètre à ondes multiples comme par exemple l'interféromètre Fabry-Pérot confocal. Ce dernier est utilisé pour démoduler le décalage Doppler dû aux ondes ultrasonores ((Monchal Jean-Pierre, 1985), (Monchal Jean-Pierre and Héon R., 1986)).

Un exemple d'un tel arrangement est montré à la figure 4.2 :

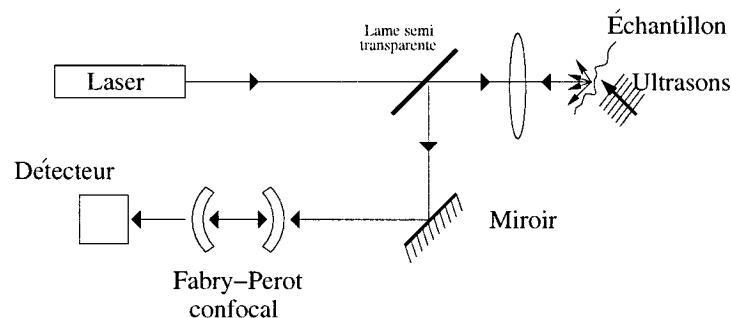


FIG. 4.2 Configuration expérimentale des méthode par vélocimétrie.

Le limite de détection pour un arrangement avec un interféromètre Fabry-Pérot confocal peut s'approcher de  $5 \times 10^{-17} mHz^{-1/2} W^{1/2}$  pour une fréquence entre 0 et 150 MHz.

### 4.3.3 Photoréfractive

En général les échantillons ne sont pas parfaitement polis et donc déforment le front d'onde. Le méthode photoréfractive utilise les cristaux photoréfractifs pour donner au faisceau de

référence le même front d'onde que le faisceau provenant de l'échantillon. Par cette procédure, l'interférence entre les deux faisceaux est beaucoup plus performante que dans le cas où les deux faisceaux ont des fronts d'onde différents ((Thomas Chatters Hale and Ken Telschow, 1996a), (R. K. Ing and J.-P. Monchalain, 1991), (Thomas Chatters Hale and Ken Telschow, 1996b), (K.L. Telschow et al., 1998), (R J Dewhurst and Q Shan, 1999)).

L'arrangement de base pour la détection optique des ultrasons par le mélange de deux ondes dans un cristal photoréfractif est montré à la figure 4.3.

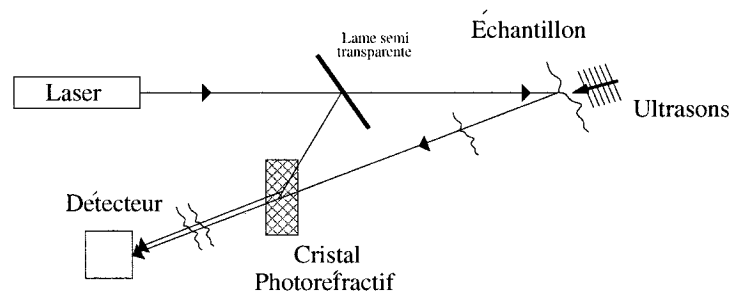


FIG. 4.3 Configuration expérimentale des méthodes par cristal photoréfractif.

L'utilisation des cristaux photoréfractifs présente certains avantages : on peut mentionner qu'il est plus tolérant à la rugosité de l'échantillon. Cette méthode a une compensation automatique des vibrations de basse fréquence et il a une bande passante de 20kHz jusqu'à plus de 80MHz.

#### 4.4 Incrément de la température

La transformation de phase qu'on cherche à observer peut être induite par un changement de température ou par un changement de contrainte sur l'échantillon (chapitre 1). Au laboratoire, on n'a pas l'équipement pour faire un changement de contrainte contrôlé. Nous avons alors fait un balayage en température pour observer la transformation de phase. Selon

l'information que Special Metals (le fournisseur des échantillons) nous a donnée, le cycle de transformation de phase est entre 20 °C et 150 °C.

Le contrôleur électronique de température disponible au laboratoire fait converger la température vers celle désirée par une série de connexion et déconnexion de l'alimentation électrique de l'élément chauffant. Un tel processus aura comme effet que la température de l'échantillon subira des diminutions pendant la rampe de chauffage entre 20 °C et 150 °C et des augmentations pendant la rampe de refroidissement entre 150 °C et 20 °C. Comme les alliages à mémoire de forme présentent une hystérésis, une inversion de la direction de changement de température au milieu du changement de phase peut nous donner des résultats imprévus.

On a décidé de contrôler la température de notre échantillon en contrôlant le courant de l'élément chauffant avec l'aide d'un transformateur variable. Le changement de température a été fait manuellement. On contrôle la vitesse de changement mais pas la température exacte à chaque instant. On a fait en sorte que cette vitesse de changement soit assez lente pour limiter la différence de température à moins de 0,4 °C pendant la prise des mesures pour une température donnée (voir la section 4.7 pour plus d'information sur le moyennage des mesures).

Le dispositif de chauffage est montré à la figure 4.4.

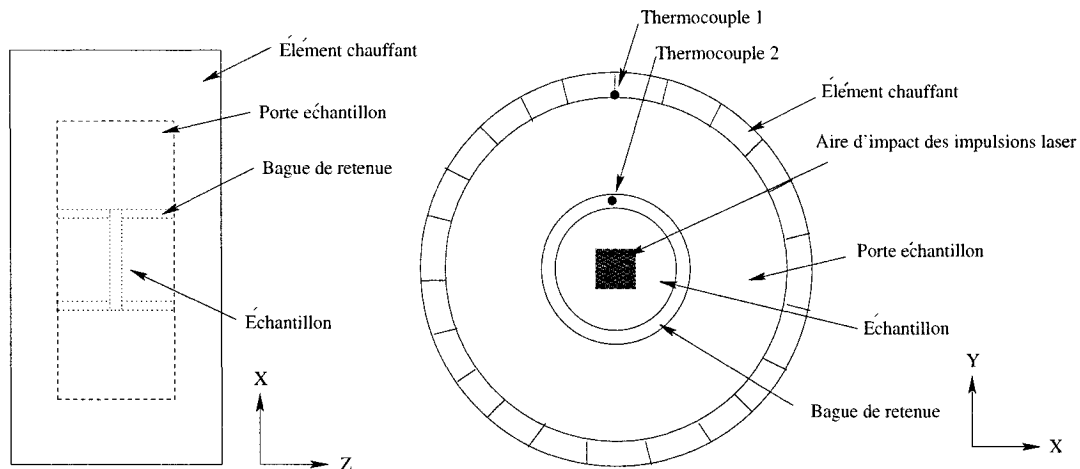


FIG. 4.4 Dispositif de chauffage, vues verticale et horizontale.

L'élément chauffant est composé de résistances branchées en série qui font contact avec le porte échantillon fait de bronze. La température de l'élément chauffant est surveillée avec un thermocouple introduit entre les résistances (thermocouple 1 dans la figure 4.4), la température du porte échantillon est surveillée avec un autre thermocouple fixé à proximité de l'échantillon (thermocouple 2 dans la figure 4.4), finalement la température exacte de l'échantillon est surveillée avec un thermocouple de surface avec lequel on a touché l'échantillon chaque fois avant et après la prise de mesures, pour chaque température de l'échantillonnage.

#### 4.4.1 Mesures de dilatation

Comme n'importe quel métal, les alliages à mémoire de forme et en particulier le NiTi ont un coefficient de dilatation thermique. Ce dernier change en fonction de la phase dans laquelle le matériau se trouve (voir le tableau 3.1).

La vitesse des ondes mesurées est calculée en divisant l'épaisseur de l'échantillon par le

temps que les ondes prennent pour traverser l'échantillon. Si l'épaisseur change, la vitesse calculée changera aussi.

Si on prend le plus épais de nos échantillons qui est de 5,3 mm d'épaisseur, un changement de 130 °C (les mesures ont été faites entre 20 °C et 150 °C), en utilisant le plus grand coefficient d'expansion thermique  $11 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  (en phase austénite), entraînera une dilatation maximale théorique de  $7,5 \mu\text{m}$ . Si la réponse de l'échantillon au changement de température est celle qu'on vient de calculer théoriquement, on n'aurait pas besoin de faire des corrections sur la mesure de l'épaisseur au moment de faire le calcul de la vitesse, parce que l'incertitude sur l'épaisseur de l'échantillon est déjà plus grande que cette évaluation de la dilatation théorique. Cette nouvelle incertitude est due à la tolérance des outils de coupe. De plus, comme on mentionnera dans la section 4.5, le régime d'ablation introduit un changement d'épaisseur.

On a décidé de mesurer la dilatation de l'échantillon avec le même dispositif de chauffage et avec le même changement de température qu'on a utilisé pendant les mesures de vitesse. L'arrangement expérimental est montré à la figure 4.5.

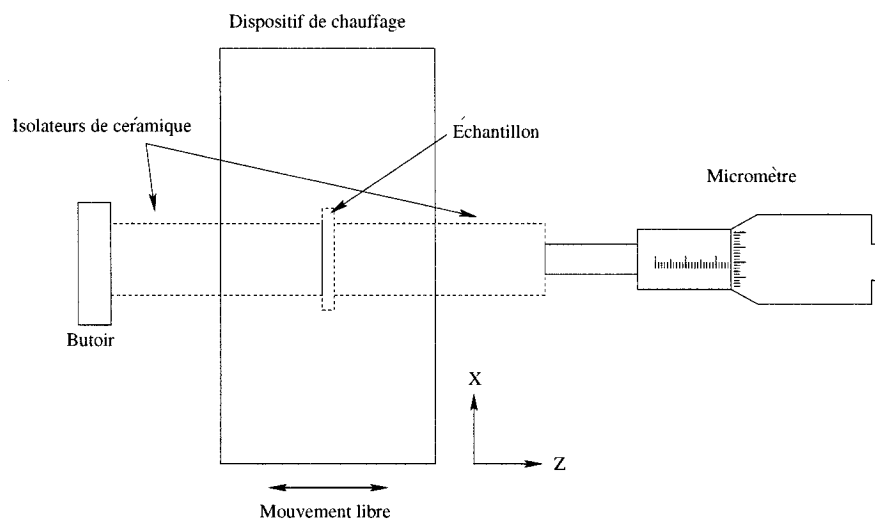


FIG. 4.5 Mesure de dilatation de l'échantillon.

Le dispositif de chauffage a pu se déplacer librement dans l'axe Z. Avec un micromètre isolé de l'échantillon par des isolateurs de céramique (avec un coefficient de dilatation plus petit que celui de notre échantillon) on a mesuré le changement d'épaisseur de l'échantillon. Tel que prévu la dilatation maximale pendant le cycle de réchauffement et refroidissement thermique est moins de 10 microns, on a mesuré  $8 \pm 0,5 \mu m$ , distance qui est négligeable au moment de faire le calcul des vitesses.

#### **4.5 Position d'impact de l'impulsion laser**

Le régime d'ablation donne des signaux plus élevés que ceux du régime thermoélastique mais il dégrade l'échantillon. Plus spécifiquement, il change son épaisseur dans la région d'impact parce qu'il y a des petites couches qui sont vaporisées et un plasma qui est créé à la surface.

Il est vrai que ce changement est petit et presque négligeable pour quelques tirs, mais si on parle d'une fréquence de 5 Hz et d'un temps de mesure de 20 minutes (temps pendant lequel le laser a été actif), on trouve que les 6000 tirs effectués peuvent donner des variations non négligeables. On a décidé de changer la position de l'impact pendant les mesures chaque 30 secondes. Autrement dit, on change à chaque série de 150 tirs de laser, ce qui revient à 3 mesures de 50 tirs chacune.

La variation de la position d'impact de l'impulsion laser s'est faite avec un système de translation XY, toujours en restant dans un centimètre carré au centre de l'échantillon (voir l'aire d'impact à la figure 4.4). La séparation entre les différents points d'impact est de plus ou moins 1,5 mm de chaque côté en X et en Y.

#### 4.6 Points d'impact et de détection des ultrasons

Il faut se souvenir que dans la section 2.5 on a mentionné que pour simplifier le calcul, les mesures doivent être faites dans les directions principales du système de notre échantillon (système axisymétrique), par exemple l'axe Z. A cette fin, le point d'impact et de détection des ultrasons doivent être à la même position (X,Y), tout en étant séparés par l'épaisseur de l'échantillon.

La sonde de détection est fixée et ne peut pas être déplacée mais le point d'impact des impulsions laser peut être déplacé, grâce à des tables de translation XYZ qui soutiennent les miroirs qui dirigent le faisceau jusqu'à l'échantillon.

On a identifié le point de détection avec un papier qui a remplacé l'échantillon. Après on a déplacé le point d'impact des impulsions laser jusqu'à ce qu'il coïncide avec le point de détection. Il est clair que cette méthode n'est pas parfaite et que les points ne seront jamais exactement dans la même position. Ce fait ne représente pas vraiment un problème. Il faut seulement se souvenir que l'aire d'impact du laser n'est pas un point, mais une région circulaire de diamètre d'environ 1,6 mm (voir section 3.2.1.1), qui est plus grande que l'erreur d'alignement des points de mesure et d'impact.

#### 4.7 Prise de mesures

Il n'existe pas une mesure expérimentale qui est parfaite, il y a toujours certaines incertitudes. Les erreurs de mesure sont classifiées en deux grands groupes :

- \* Les erreurs systématiques qui sont toujours les mêmes, par exemple l'erreur due au thermomètre (toujours 5 degrés de plus que la température réelle). Ces erreurs sont plus compliquées à détecter et un traitement statistique n'aide pas à les éliminer.
- \* Les erreurs aléatoires, qui sont dues aux événements non contrôlables, par exemple le



bruit électronique introduit par tous les appareils électriques autour des appareils de mesure. Un traitement statistique permet de les évaluer et les éliminer.

Le fait que les mesures soient faites toutes les fois de la même façon et dans les mêmes conditions aide à s'assurer que les erreurs systématiques soient toujours les mêmes. En faisant plusieurs mesures pour une même température d'échantillonnage nous pouvons réduire les erreurs aléatoires par simple moyennage des signaux.

L'arrangement expérimental complet avec lequel on a fait la prise de mesures est montré à la figure 4.6.

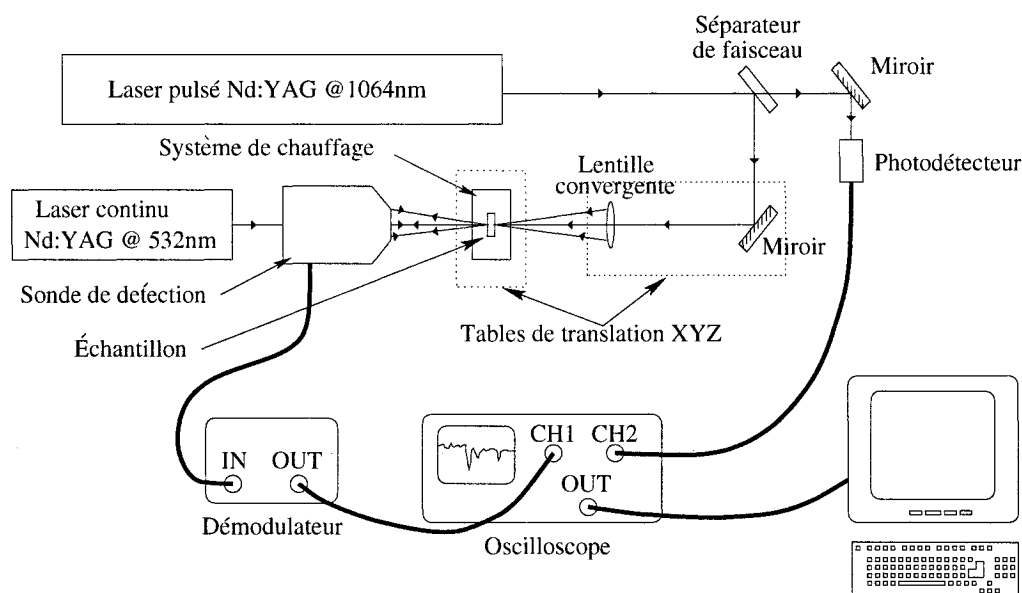


FIG. 4.6 Arrangement expérimental.

Avant de commencer les mesures, on vérifie toujours que les points d'impact des lasers de génération et de détection soient directement opposés sur les deux faces de l'échantillon (voir section 4.6).

La suite des événements qui suivent un tir du laser est :

1. Le photodétecteur qui est branché à l'oscilloscope fait la fonction de déclencheur

pour activer l'enregistrement.

2. L'oscilloscope enregistre le signal donné par le démodulateur.
3. La signal de l'oscilloscope peut être moyenné avec les autres signaux ou peut être sauvegardé par l'ordinateur.

La signal que reçoit l'oscilloscope est un voltage proportionnel au déplacement de l'échantillon. Ce voltage est le signal de la sonde de détection transformé par le démodulateur.

Comme on l'a déjà mentionné, la mesure de déplacement (signal du démodulateur) présente un niveau du bruit considérable dû à différents facteurs comme la sensibilité de la sonde de détection, le bruit introduit par l'électronique du démodulateur, l'intensité du faisceau laser de détection, etc... Pour réduire ce bruit, l'oscilloscope prend 50 mesures consécutives et fait la moyenne. À la fin, chaque mesure enregistrée sur l'ordinateur correspond à ce signal moyenné.

La procédure pour prendre les mesures est la suivante :

1. En contrôlant le courant du système de chauffage, on arrive à la température désirée.
2. On vérifie la température de l'échantillon avec le thermocouple de surface.
3. On active le laser pulsé.
4. Après 50 tirs du laser, l'oscilloscope donne le signal à l'ordinateur.
5. On éteint le laser pulsé.
6. On vérifie la température de l'échantillon avec le thermocouple de surface pour nous assurer qu'il y a moins de 0,4 °C de variation.
7. Si tout est correct, on sauvegarde l'information pour cette température sur l'ordinateur.

Après chaque mesure, on change la température et on recommence la procédure pour la prise d'une autre mesure. Après trois mesures, on change la position d'impact du laser pour éviter que le changement de l'épaisseur de l'échantillon ne devienne trop important (voir section 4.5).

## **4.8 Conclusion**

Avec les précautions ci-dessus décrites nous avons limité les erreurs systématiques.

Nous avons étudié les différents paramètres susceptibles d'entacher les mesures d'erreurs.

On a défini une procédure d'acquisition de données qui minimise ces paramètres et on l'a suivi pendant la prise de nos mesures au laboratoire.

Les mesures prises avec cette procédure seront analysées dans les prochains chapitres.

## CHAPITRE 5

### ANALYSE DES DONNÉES

#### 5.1 Introduction

Dans ce chapitre, on décrira les procédures effectuées pour faire l'analyse et le traitement des signaux. Cette analyse et ce traitement ont comme unique objectif de trouver les temps de vol des ondes longitudinales et transversales.

En étudiant les caractéristiques de chaque signal, on sélectionnera une méthode pour chacune des ondes.

On décrira les méthodes suivantes :

- \* Analyse spectrale
- \* Corrélation
- \* Signal analytique

#### 5.2 Signal typique

Le signal ultrasonore détecté est une courbe de déplacement en fonction du temps. Les pics de déplacement représentent le moment auquel des différentes ondes ultrasonores atteignent la surface de détection.

Un signal typique est montré à la figure 5.1. Le pic «L1» est relié à l'onde longitudinale, «L2», «L3» et «L4» correspondent aux temps de vol des trois réflexions de «L1». «T» est le pic associé à l'onde transversale, qui n'est pas très bien définie et dont les réflexions ne

sont pas très évidentes.

Les pics «L1» et «T» correspondent aux temps que ces ondes ont pris pour traverser l'épaisseur de l'échantillon. Les pics «L2», «L3» et «L4» sont respectivement les temps pris par l'onde longitudinale pour traverser trois, cinq et sept fois l'épaisseur de l'échantillon.

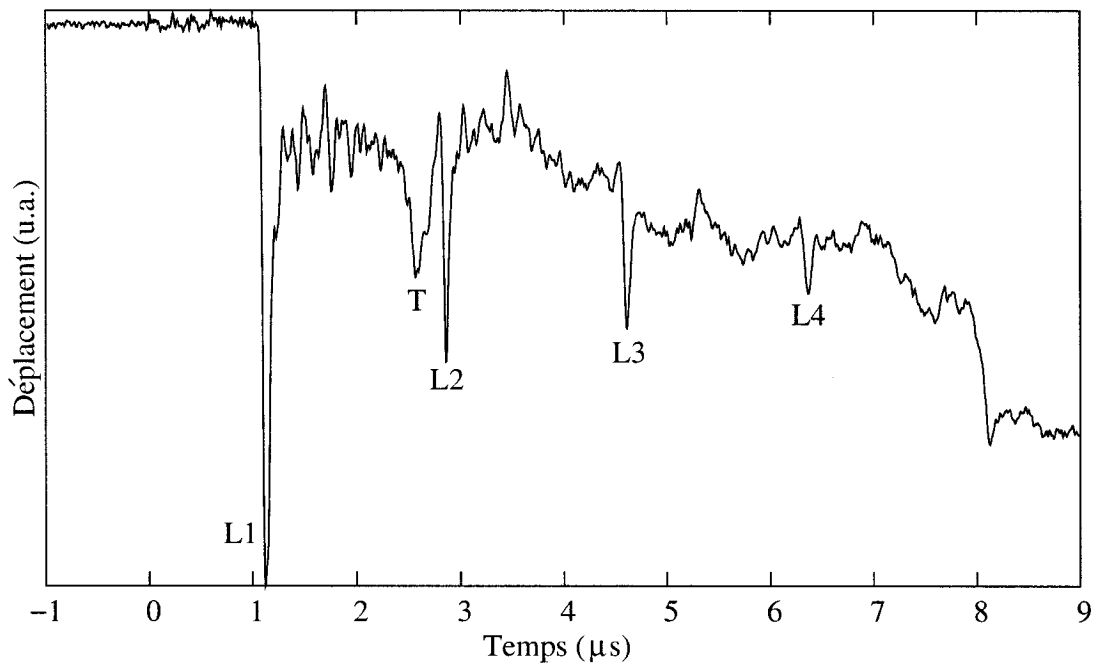


FIG. 5.1 Signal typique des ultrasons

### 5.3 Mesure de temps de vol des ondes

Dans la figure 5.1, on peut distinguer clairement le pic «L1» mais on ne peut pas dire avec exactitude à quel moment l'onde est arrivée puisque le pic a une largeur non négligeable.

Il y a plusieurs façons de mesurer le temps de vol des ondes. La méthode choisie dépend principalement du type et de la qualité des signaux que l'on a.

### 5.3.1 Analyse spectrale

Si les signaux ont un nombre significatif de pics de réflexion, l'analyse spectrale est une méthode fréquemment utilisée, qui profite du fait que ces pics sont produits d'une façon périodique. Il faut simplement faire la transformée de Fourier des signaux et on trouvera un pic représentant la fréquence des réflexions et de ses harmoniques. On sait que la fréquence de chaque harmonique correspond à  $f = \frac{nC}{2L}$  où  $n$  est l'harmonique choisi,  $C$  est la vitesse de l'onde et  $L$  est l'épaisseur de l'échantillon.

Dans notre cas, on n'a pas assez de réflexions de l'onde longitudinale pour utiliser cette méthode.

### 5.3.2 Corrélation

On a utilisé la méthode de corrélation. Cette méthode se base sur la comparaison de deux pics par corrélation en trouvant la distance entre ces deux pics.

Pour commencer, il faut isoler les deux pics à comparer ; pour ce faire on utilise une fenêtre de Hamming.

On construit une fenêtre avec une longueur égale à celle du pic et centrée sur lui, le reste des données est mis à zéro. Cette fenêtre est multipliée avec le signal et on obtient un nouveau signal avec le pic isolé. Ce processus appliqué au pic «L1» de la figure 5.1 est montré à la figure 5.2. Le même processus appliqué à «L2» est montré à la figure 5.3.

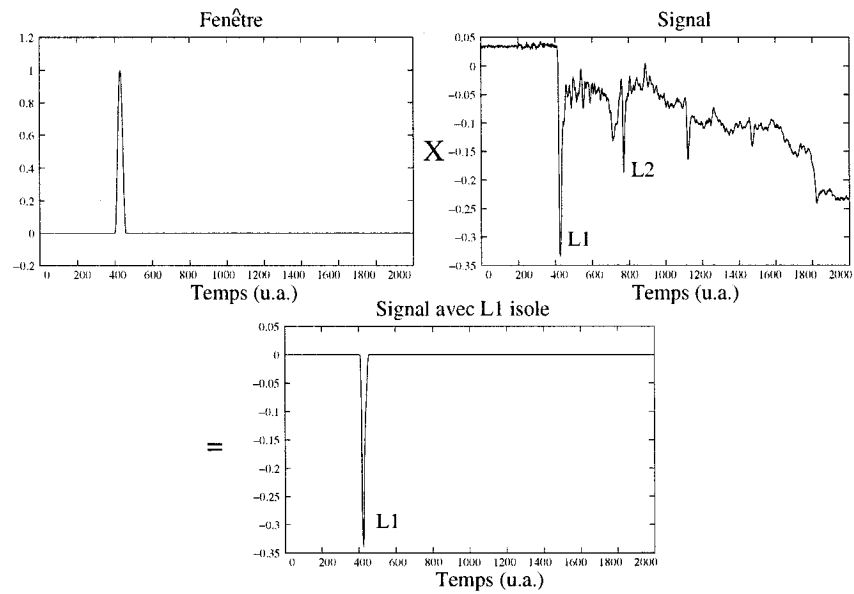


FIG. 5.2 Processus pour l'isolation du pic L1.

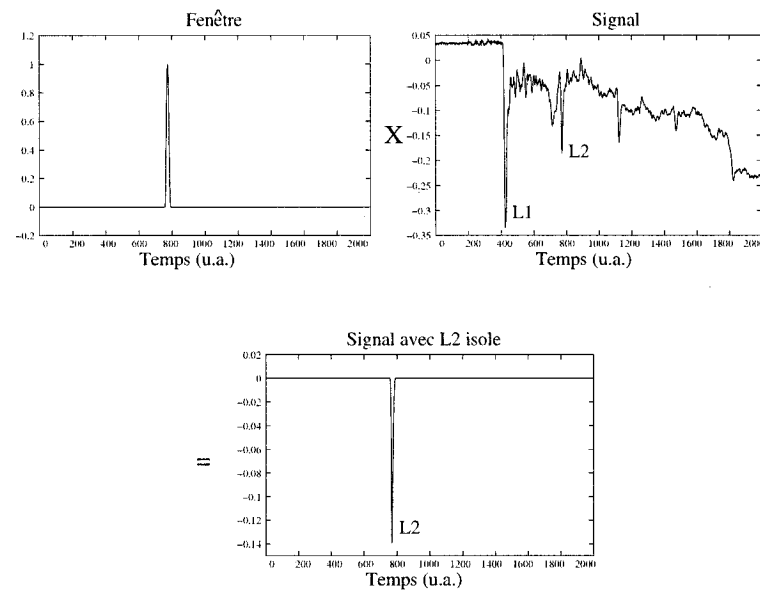


FIG. 5.3 Processus pour l'isolation du pic L2.

Avec les deux pics isolés, on trouve la corrélation entre ces signaux, le résultat est montré à la figure 5.4 où  $r$  symbolise l'opération de la corrélation.

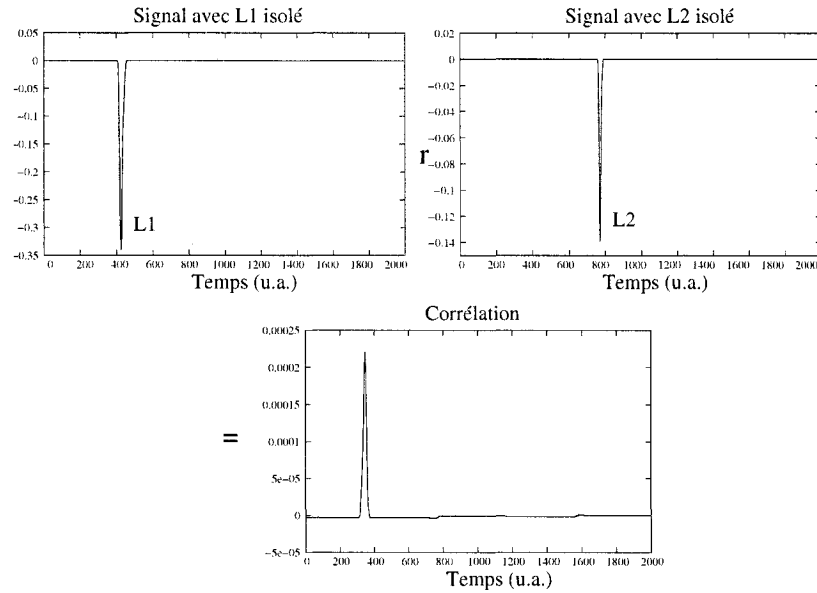


FIG. 5.4 Corrélation entre les pics L1 et L2.

À chaque intervalle de temps «x», la valeur de la corrélation permet d'évaluer la similitude des deux signaux si le premier est décalé de «x» unités de temps. Alors, le maximum de corrélation est l'intervalle de temps dont il faudra décaler le premier signal pour qu'il soit semblable au deuxième. Dans notre cas, cet intervalle correspond exactement au temps qui sépare les deux signaux, c'est-à-dire au temps que l'onde longitudinale a pris pour traverser deux fois l'épaisseur de notre échantillon.

La vitesse de l'onde longitudinale sera

$$C = \frac{2L}{t} \quad (5.1)$$

où  $t$  est le temps trouvé par la corrélation et  $L$  l'épaisseur de notre échantillon.



### 5.3.3 Signal analytique

Dans le cas de l'onde transversale, aucune autre onde n'est disponible pour une comparaison, donc il n'est pas possible d'utiliser la méthode de la corrélation. On pourra obtenir une approximation du temps de vol de l'onde en prenant le maximum du pic de déplacement, mais ce dernier a une largeur non négligeable et son maximum de déplacement n'est pas nécessairement au moment de l'arrivée de l'onde.

Une solution consiste à prendre le signal analytique. Ceci nous donne l'énergie de l'onde en fonction du temps.

Un signal analytique (temps complexe)  $Y(t)$  peut être construit d'un signal réel  $y(t)$  :

$$Y(t) = y(t) + jh(t) \quad (5.2)$$

où  $Y(t)$  est le signal analytique,  $y(t)$  est le signal réel d'entrée et  $h(t)$  est la transformée de Hilbert du signal d'entrée. Dans notre cas, le signal réel d'entrée est le signal mesuré au laboratoire.

En prenant le maximum du signal analytique, on prend le maximum d'énergie, ce dernier est une meilleure mesure de temps de vol de l'onde. À la figure 5.5, on montre la valeur absolue du signal analytique qui correspond au signal réel montré à la figure 5.1.

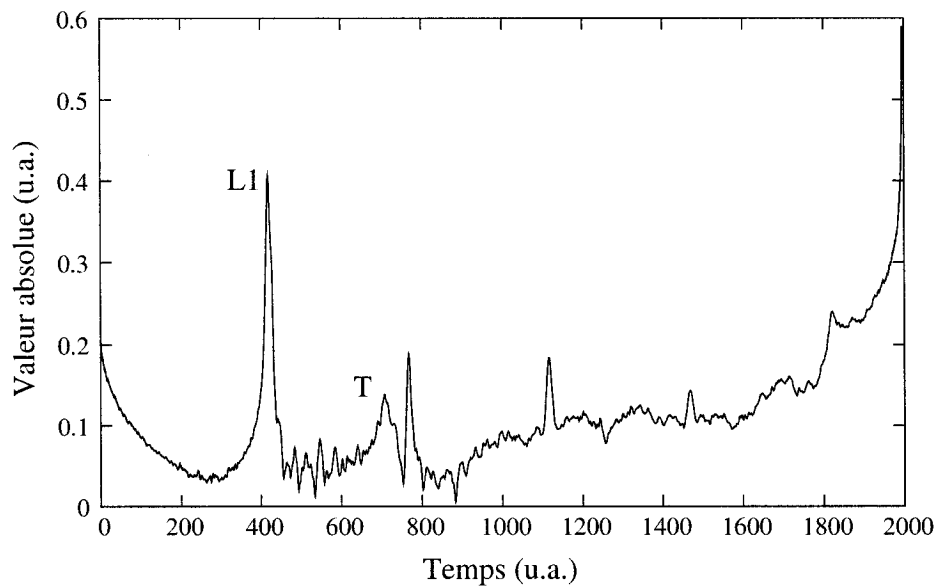


FIG. 5.5 Valeur absolue du signal analytique

Comme on n'est pas sûr du temps initial, il faut corriger le temps du maximum du signal analytique de l'onde transversale «T» ( $t_{SA}(T)$ ) avec le temps du maximum du signal analytique de l'onde longitudinale «L1» ( $t_{SA}(L1)$ ).

En connaissant le temps de vol de l'onde longitudinale «L1» obtenu par la méthode de corrélation  $t_C(L1)$  et le temps du maximum de la même onde obtenu par la méthode du signal analytique  $t_{SA}(L1)$ , on peut obtenir le temps nécessaire pour ajuster l'échelle de temps du signal analytique  $\Delta t = t_C(L1) - t_{SA}(L1)$ . De cette façon, le temps d'arrivée de l'onde transversale ( $t(T)$ ) peut être obtenu à partir du maximum du signal analytique par  $t(T) = \Delta t + t_{SA}(T)$

### 5.3.3.1 Onde transversal bruitée

Quelquefois, l'onde transversale est bien définie comme dans le cas de la figure 5.1. Mais il se peut que ce ne soit pas le cas. À la figure 5.6 on peut voir une onde transversale qui

n'est pas bien définie et bruitée.

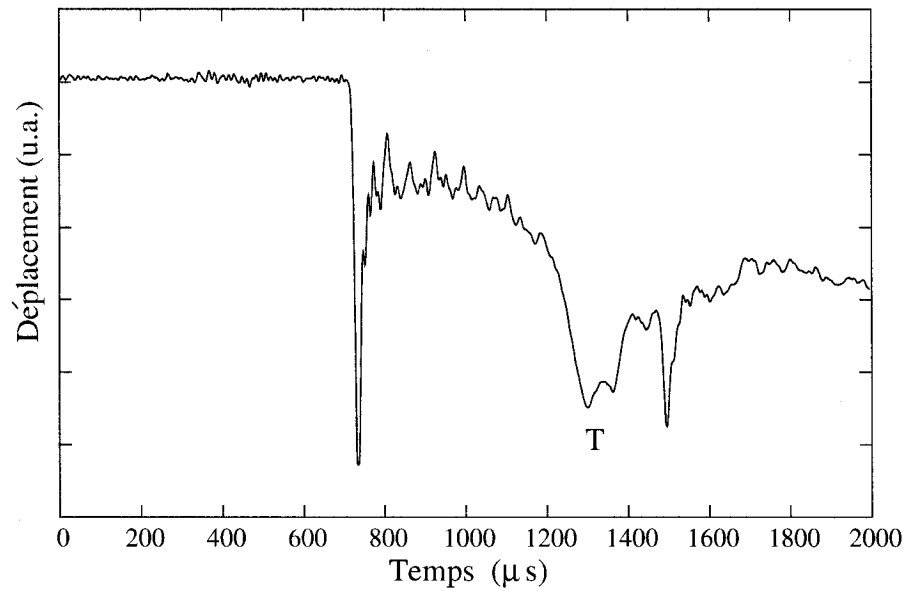


FIG. 5.6 Signal pour lequel l'onde transversale n'est pas bien définie.

Quand l'onde transversale n'est pas bien définie, une façon de contourner le problème est de faire une approximation polynômiale dans la région d'intérêt. Dans le cas montré à la figure 5.6 on a fait une approximation par un polynôme de cinquième ordre  $f(x) = a + bx + cx^2 + dx^3 + ex^4 + fx^5$ . Le résultat d'une telle approximation est montré à la figure 5.7

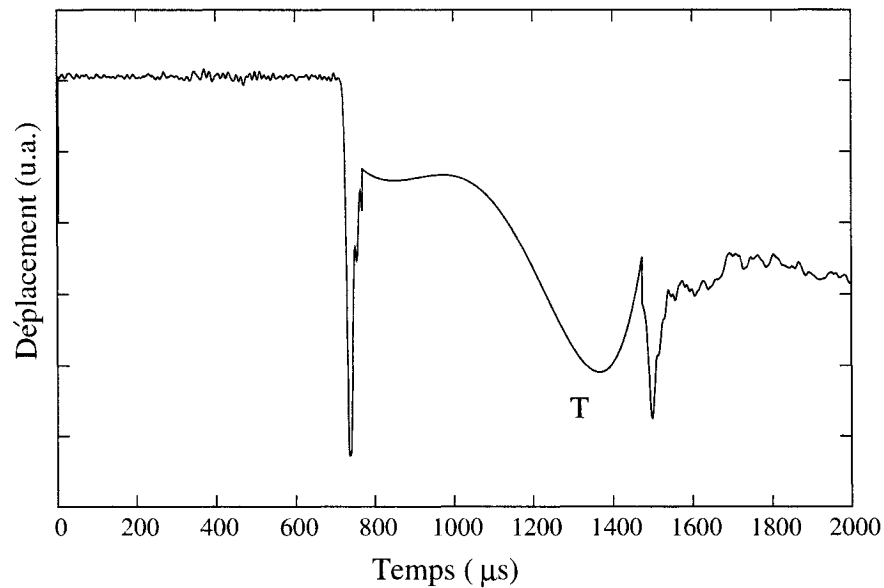


FIG. 5.7 Signal ou l'onde transversale a été approximée par un polynôme de cinquième ordre.

Avec le signal corrigé on utilise la méthode du signal analytique pour trouver le temps de vol de l'onde transversale.

### 5.3.4 Conclusion

Il y a plusieurs méthodes pour trouver le temps d'arrivée des ondes mécaniques mais la sélection d'une méthode en particulier dépend de la qualité du signal, du nombre de réflexions des ondes, de la largeur des pics, etc.

Lors du travail au laboratoire, la méthode utilisée pour trouver le temps de vol de l'onde longitudinale est la corrélation. Avec cette méthode, on compare les pics de la première onde longitudinale et de sa première réflexion, ainsi on trouve le temps entre les deux pics. Ce temps est le double du temps pris par l'onde longitudinale pour traverser l'échantillon.

Le temps de vol de l'onde transversale est trouvé par le maximum du signal analytique qui est le temps de vol de l'énergie. L'échelle de temps est ensuite corrigée avec le temps de vol de l'onde longitudinale, trouvée par corrélation. Si l'onde transversale est trop bruitée, il est possible de faire une approximation polynômiale et ainsi de trouver le temps de vol à partir du maximum du signal analytique.

## **CHAPITRE 6**

### **RÉSULTATS**

#### **6.1 Introduction**

Dans ce chapitre, on montrera les résultats de notre recherche. Les caractéristiques principales de chaque résultat seront exposées.

Comme premier et plus important résultat, on montrera les vitesses de propagation des ondes ultrasonores ; celles-ci sont :

- \* Les vitesses des ondes longitudinale et transversale se propageant en direction Z.
- \* La vitesse de l'onde longitudinale qui se propage en direction X.

On trouvera les constantes d'élasticité par de simples relations mathématiques à partir des vitesses de propagation. La mesure de ces constantes est le but final de la recherche.

#### **6.2 Prise de mesures**

Les résultats présentés dans ce chapitre proviennent de la prise de mesures à deux endroits différents, le laboratoire PASLU et l'IMI.

##### **6.2.0.1 PASLU**

La plupart des mesures et l'étude préalable ont été faites au laboratoire PASLU de l'École Polytechnique de Montréal, où la procédure expérimentale expliquée au chapitre 4 a été suivie.

### 6.2.0.2 IMI

On a pris des mesures additionnelles à l'Institut des Matériaux Industriels (IMI) à Boucherville, où l'on trouve des équipements plus performants que ceux du PASLU.

Le système de mesure utilisé se trouve dans le laboratoire «Laser ultrasons et microstructure» qui appartient au groupe «Technique optique» de la section «Modélisation et diagnostic» de l'IMI. Il s'agit d'un «Simulateur thermomécanique Gleeble»; il est relié au système de laser ultrason pour faire l'analyse microstructurale des matériaux.

La prise des mesures avec ce système est complètement automatisée, et il faut simplement programmer le balayage aux températures désirées et la fréquence des mesures. Avec ce système, il n'est pas possible de changer le point d'impact.

La détection des ultrasons peut être effectuée avec différentes méthodes; on a choisi l'interféromètre Fabry-Pérot. L'analyse des données a été faite par analyse spectrale. Le point de génération des ultrasons et le point de détection se trouvent sur la même face de l'échantillon.

## 6.3 Cycle de transformation de phase

La transformation de phase est un effet qui n'est pas reliée à une direction de propagation spécifique. Par conséquent, les premiers résultats seront indépendants de la direction de propagation, après, à la section suivante (section 6.4) on fera une distinction selon la direction de propagation.

Le cycle de transformation de phase sans contrainte pour les alliages à mémoire de forme a été vu à la section 1.2. Pour faciliter la lecture, on réintroduit ici la figure 6.1 qui montre le cycle de transformation.

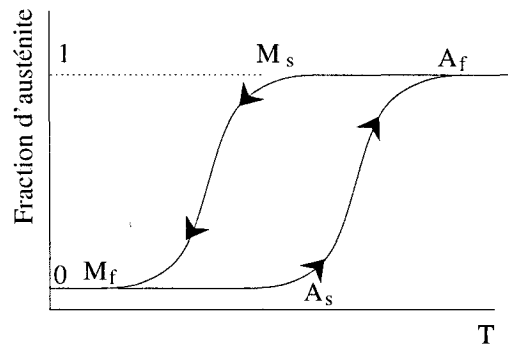


FIG. 6.1 Transformation de phase sans contrainte

En prenant une mesure de vitesses (voir par exemple la figure 6.2), par simple comparaison avec le cycle de transformation de phase (figure 6.1), il est possible de localiser les points où les différentes transformations débutent ( $A_s$  et  $M_s$ ) et finissent ( $A_f$  et  $M_f$ ).

Au chauffage, le début de la transformation de phase de martensite à austénite ( $A_s$ ) est autour de 90 °C et la transformation finit ( $A_f$ ) à 100 °C.

Au refroidissement, la transformation inverse vers la martensite débute ( $M_s$ ) à 80 °C et finit ( $M_f$ ) à 70 °C.

La largeur de l'hystérésis est d'environ de 20 °C.

#### 6.4 Mesure de vitesses

Les directions de propagation des ondes ont été définies à la section 3.1.1 ; dans ce chapitre, la nomenclature des axes a été choisie à partir de la forme de notre échantillon :

*L'échantillon est de forme cylindrique. On appellera l'axe de rotation du cylindre «Z» et les deux axes transversaux «X» et «Y».*



## 6.4.1 Direction de propagation Z

### 6.4.1.1 Onde longitudinale

La vitesse de l'onde longitudinale en direction Z est montrée aux figures 6.2 et 6.3.

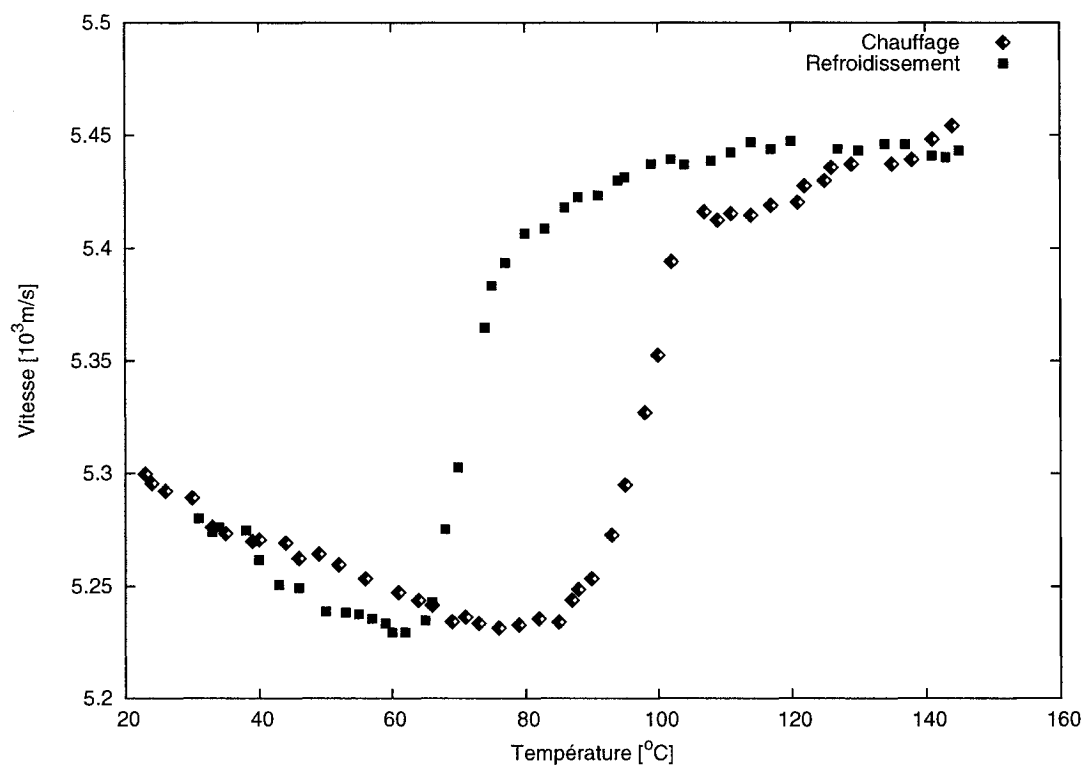


FIG. 6.2 Vitesse de l'onde longitudinale en direction Z. (PASLU)

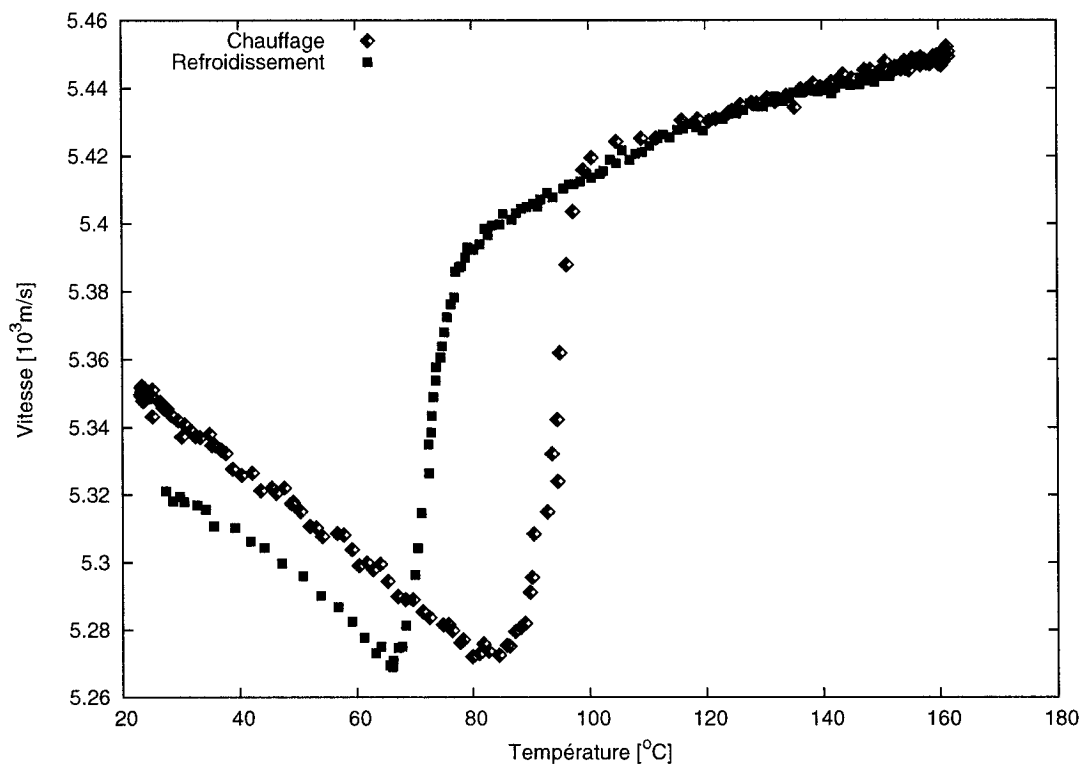


FIG. 6.3 Vitesse de l'onde longitudinale en direction Z. (IMI)

Il faut remarquer une particularité de ces mesures.

Selon le cycle de transformation de phase (voir figure 6.1), pour des températures inférieures à  $M_f$  et supérieures à  $A_f$ , les vitesses doivent être les mêmes, qu'il s'agisse du cycle de chauffage ou du cycle de refroidissement. Elles devraient être les mêmes parce que, à ces températures, l'échantillon se trouve à la même phase.

Or, à la figure 6.4, on montre un extrait de la figure 6.2, où on peut voir que pour les températures entre 40  $^{\circ}\text{C}$  et 64  $^{\circ}\text{C}$ , la vitesse n'est pas la même pour le chauffage que pour le refroidissement. Le même effet est clairement visible à la figure 6.3.

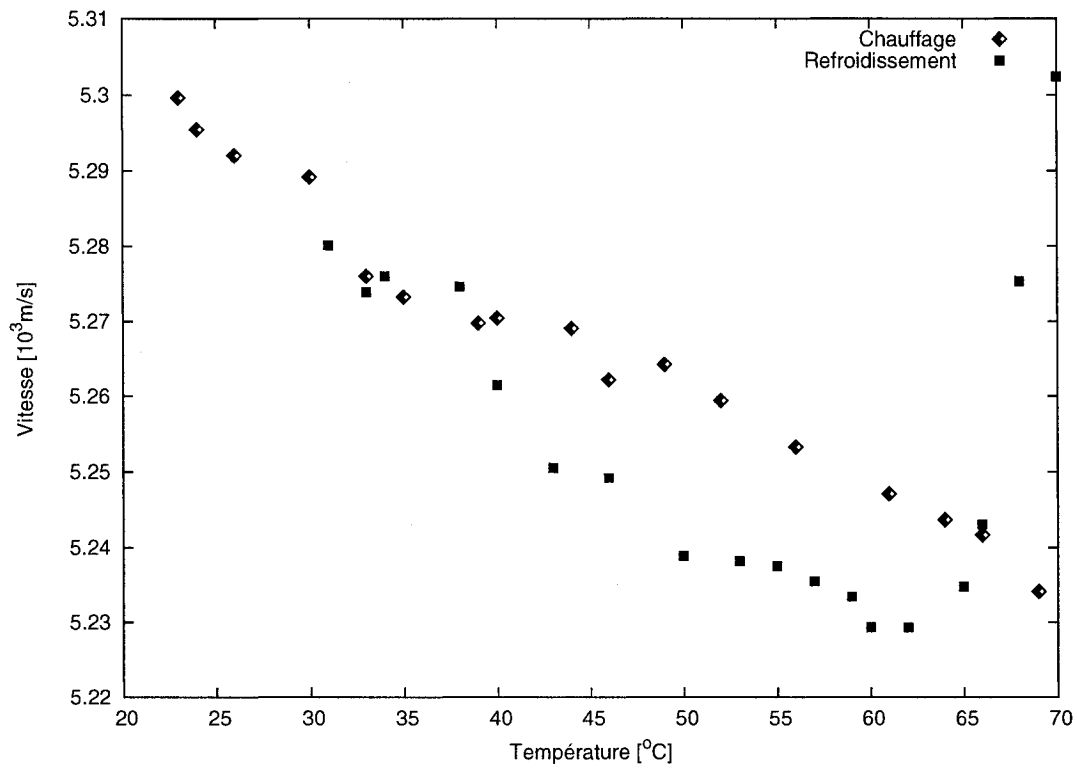


FIG. 6.4 Extrait de la figure 6.2 montrant une différence de vitesse entre le chauffage et le refroidissement au-dessous de  $M_f$  (70 °C). (PASLU)

Pour mieux comprendre ce phénomène, on a mesuré la vitesse de l'onde longitudinale pour plusieurs cycles de chauffage et refroidissement consécutifs, d'un même échantillon. L'échantillon utilisé dans cette expérience n'a jamais été chauffé. Le résultat est montré à la figure 6.5.

À chaque cycle, le point de départ (vitesse à laquelle le chauffage commence) est le point final (vitesse à laquelle le refroidissement finit) du cycle antérieur.

L'écart entre le point final et le point initial d'un même cycle diminue avec le nombre du cycles. Par exemple, l'écart pour le troisième cycle est inférieur à celui du deuxième mais il est supérieur à celui du quatrième.

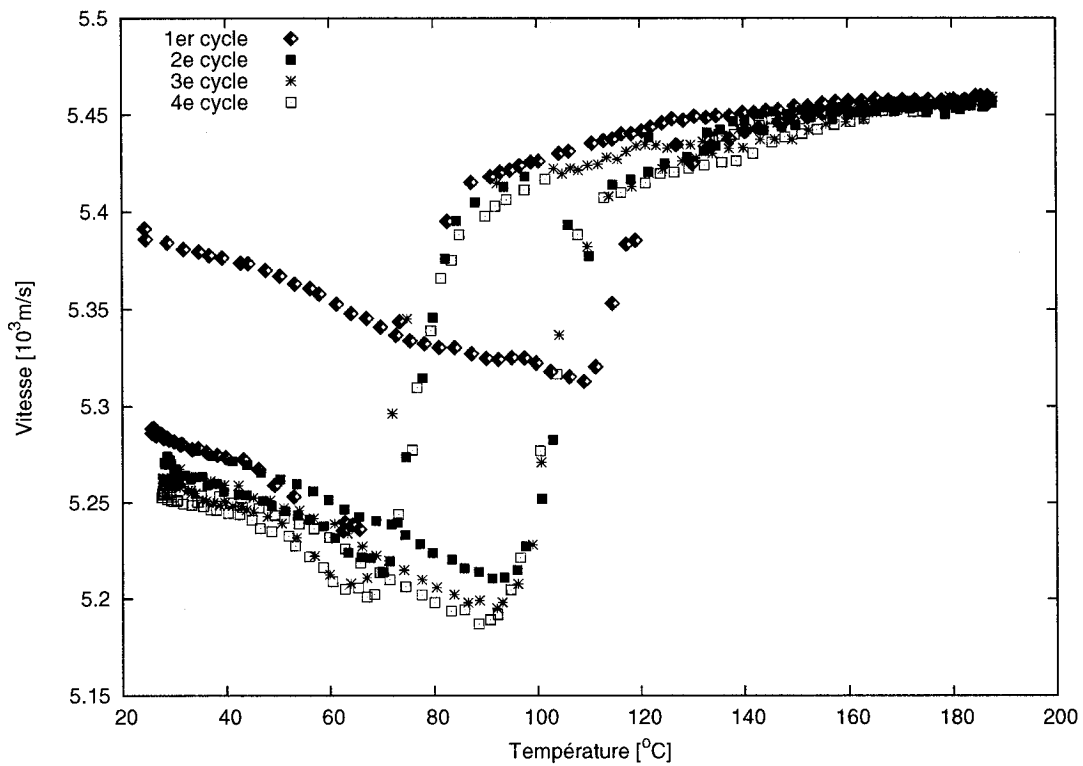


FIG. 6.5 Plusieurs cycles de chauffage et refroidissement consécutifs. (IMI)

La différence la plus remarquable est entre le premier et le deuxième cycle, l'écart du premier cycle est dix fois celui du deuxième. De cette remarque, on peut conclure que les mesures montrées aux figures 6.2 et 6.4 ont été prises avec un échantillon qui avait déjà subi au moins un cycle de chauffage et refroidissement.

Le phénomène de l'apparition d'un écart entre le point initial et final d'un cycle de chauffage et refroidissement est décrit par Matsumoto et al (Hitoshi Matsumoto et al., 2002), qui expliquent que cet effet est dû à une instabilité du réseau cristallin ; il s'agit d'un adoucissement de la structure cristalline par le processus de cisaillement pendant la transformation martensitique vers la phase de basse température. Il est donc remarquable que la technologie soit assez précise pour voir ce phénomène.

### 6.4.1.2 Onde transversale

La mesure de vitesse de l'onde transversale se trouve à la figure 6.6.

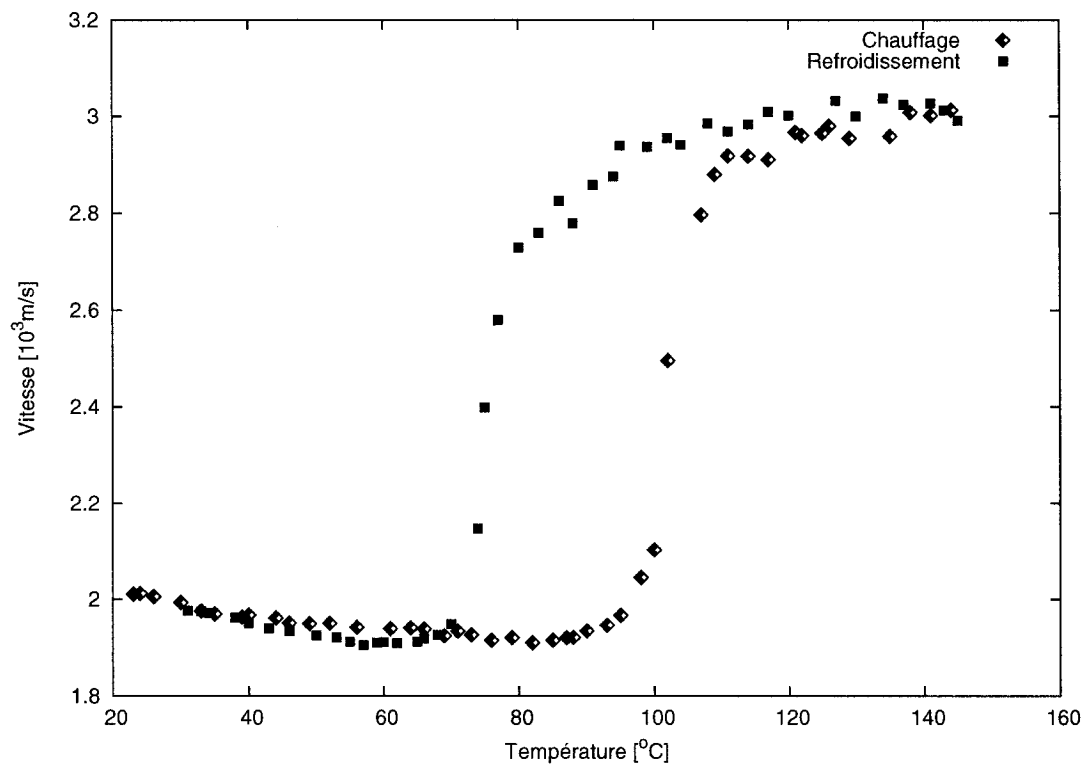


FIG. 6.6 Vitesse de l'onde transversale en direction Z. (PASLU)

Ici, on trouve de nouveau en plus petite proportion l'effet de la différence des vitesses au-dessous de  $M_f$ .

On peut voir que les températures  $A_s$ ,  $M_s$ ,  $A_f$  et  $M_f$  sont environ 10 °C plus élevées que celles pour l'onde longitudinale. Il s'agit d'une erreur dans les résultats due au fait que le rapport signal sur bruit est faible, et par conséquent, on a besoin d'un plus grand changement pour qu'il soit mesuré.

Une autre façon de mesurer la vitesse de l'onde transversale pourrait être en mesurant

l'onde de Rayleigh. Cette mesure est montrée à la figure 6.7

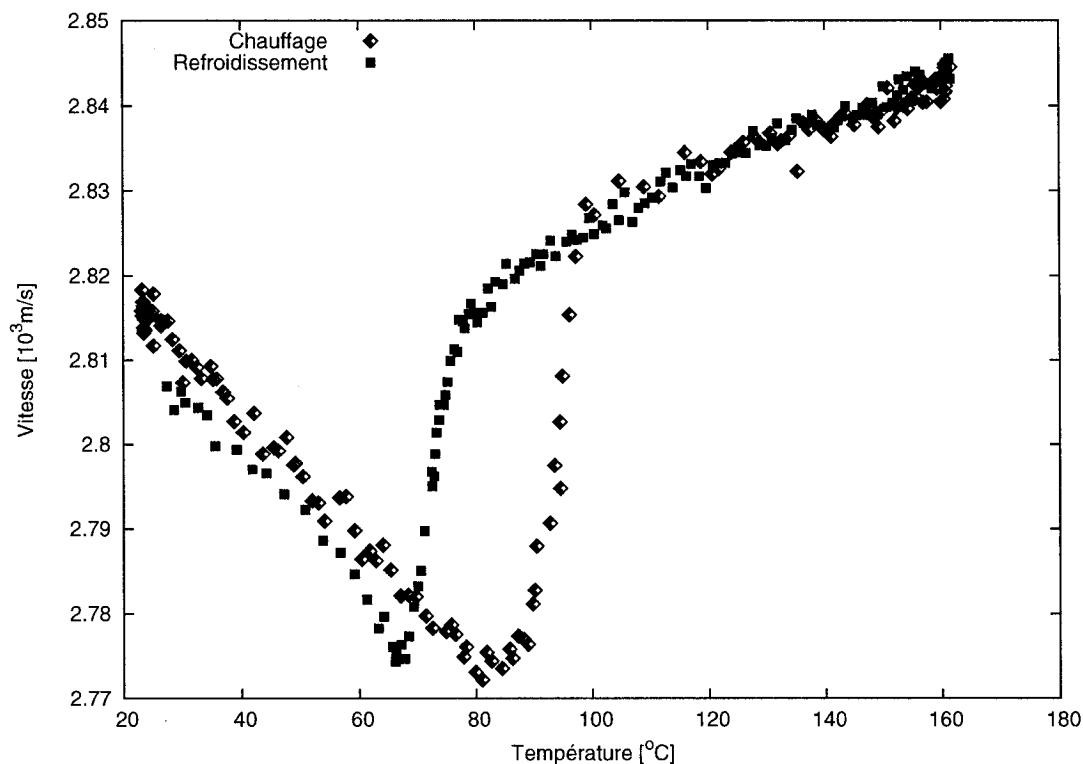


FIG. 6.7 Vitesse de l'onde de Rayleigh. (IMI)

Pour trouver la vitesse transversale à partir de la vitesse de l'onde de Rayleigh, il faut solutionner l'équation suivante (6.1)

$$16 \left( 1 - \frac{v^2}{v_L^2} \right) \left( 1 - \frac{v^2}{v_T^2} \right) - 2 \left( 1 - \frac{v^3}{v_T^3} \right)^4 = 0 \quad (6.1)$$

où  $v$  est la vitesse de l'onde de Rayleigh,  $v_L$  est la vitesse de l'onde longitudinale et  $v_T$  est la vitesse de l'onde transversale qu'on veut trouver.

La vitesse de l'onde transversale calculée au moyen des vitesses de l'onde longitudinale montrées à la figure 6.3 et des vitesses de l'onde de Rayleigh montrées à la figure 6.7 est

illustrée à la figure 6.8.

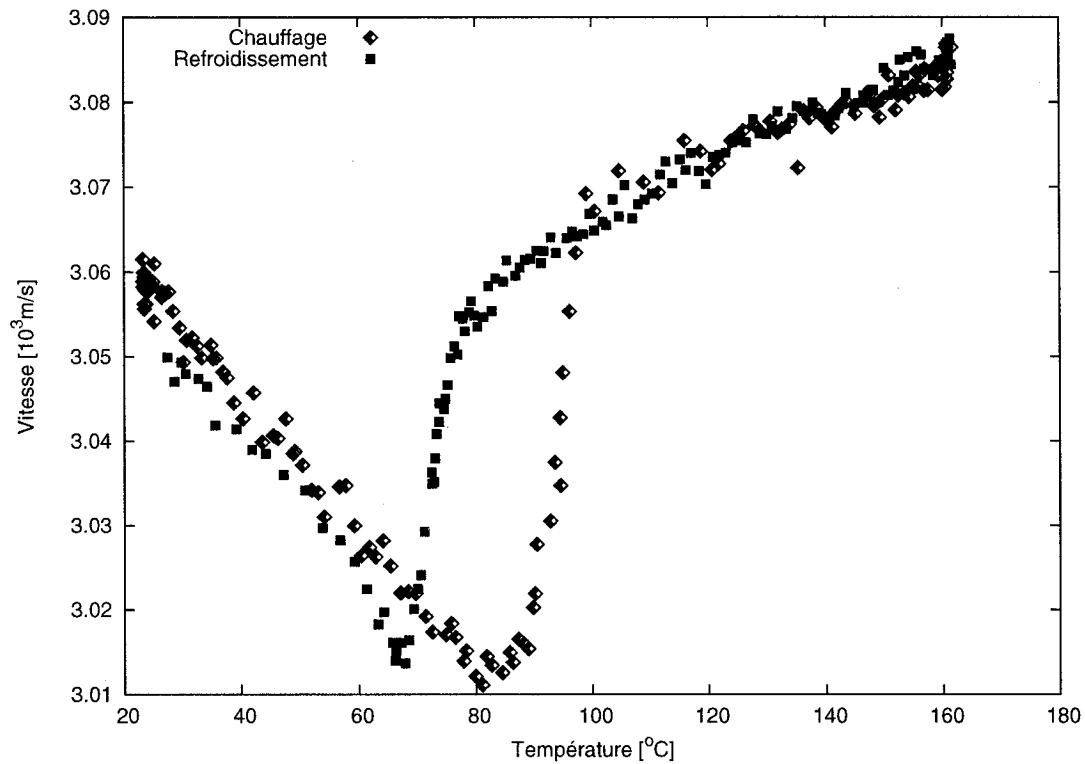


FIG. 6.8 Vitesse de l'onde transversale calculée à partir des vitesses de l'onde de Rayleigh et de l'onde longitudinale. (IMI)

Le problème avec la détection de l'onde transversale à haute température est dû à l'amortissement ; on a décidé de mesurer l'onde de Rayleigh pour essayer de la calculer.

Avant de prendre les mesures avec les échantillons de NiTi, on a fait l'expérience avec l'acier 4027 (voir figure 6.9), et on a vérifié qu'il a été impossible de suivre l'onde transversale à cause de l'amortissement, mais l'onde de Rayleigh a été détectable pendant tout l'intervalle de température.

Il est important de voir l'utilité de l'onde de Rayleigh pour la recherche ; c'est pourquoi on présente le résultat avec l'acier, même s'il ne correspond pas au but de la recherche. En

plus, à notre connaissance, il s'agit de la première fois que quelqu'un fait un balayage en température suivant l'onde de Rayleigh afin de visualiser une transition de phase.

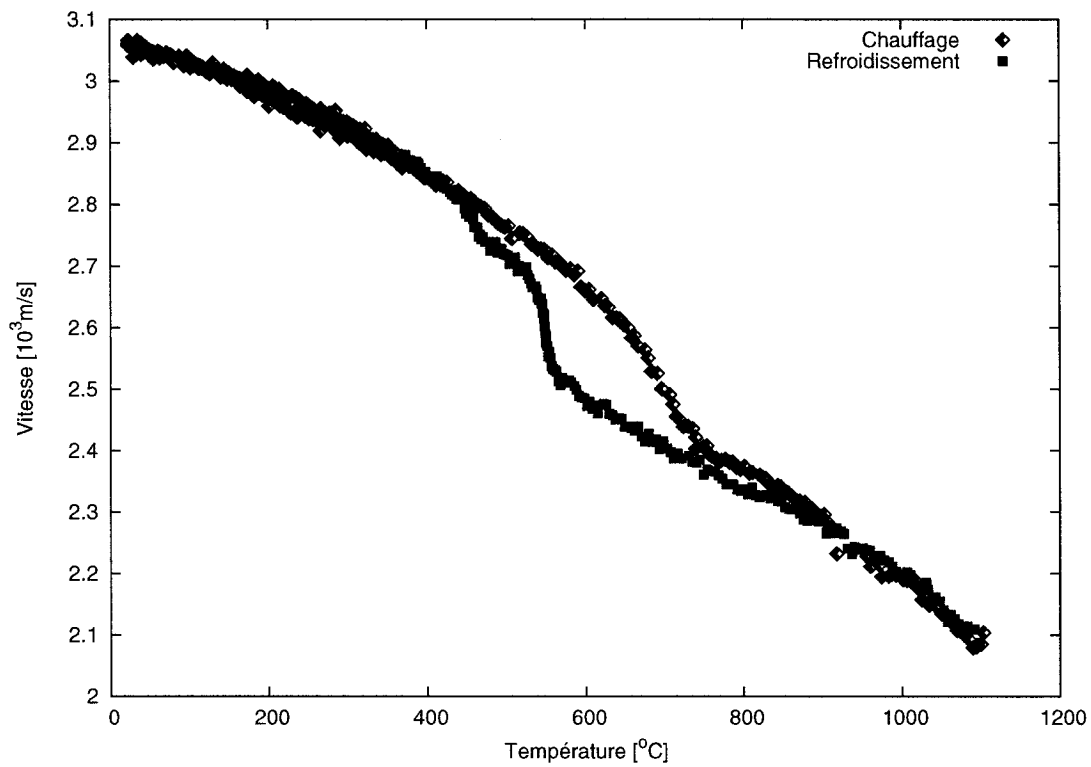


FIG. 6.9 Vitesse de l'onde de Rayleigh de l'acier 4027. (IMI)

La figure 6.9 montre un cycle de transformation de phase de l'acier. On peut voir qu'il existe un hystérésis semblable à celle des alliages à mémoire de forme mais ni la mémoire de forme ni la pseudo-élasticité sont présentes.

## 6.4.2 Direction de propagation X-Y

### 6.4.2.1 Onde longitudinale

Les mesures des vitesses de l'onde longitudinale se trouvent à la figure 6.10.



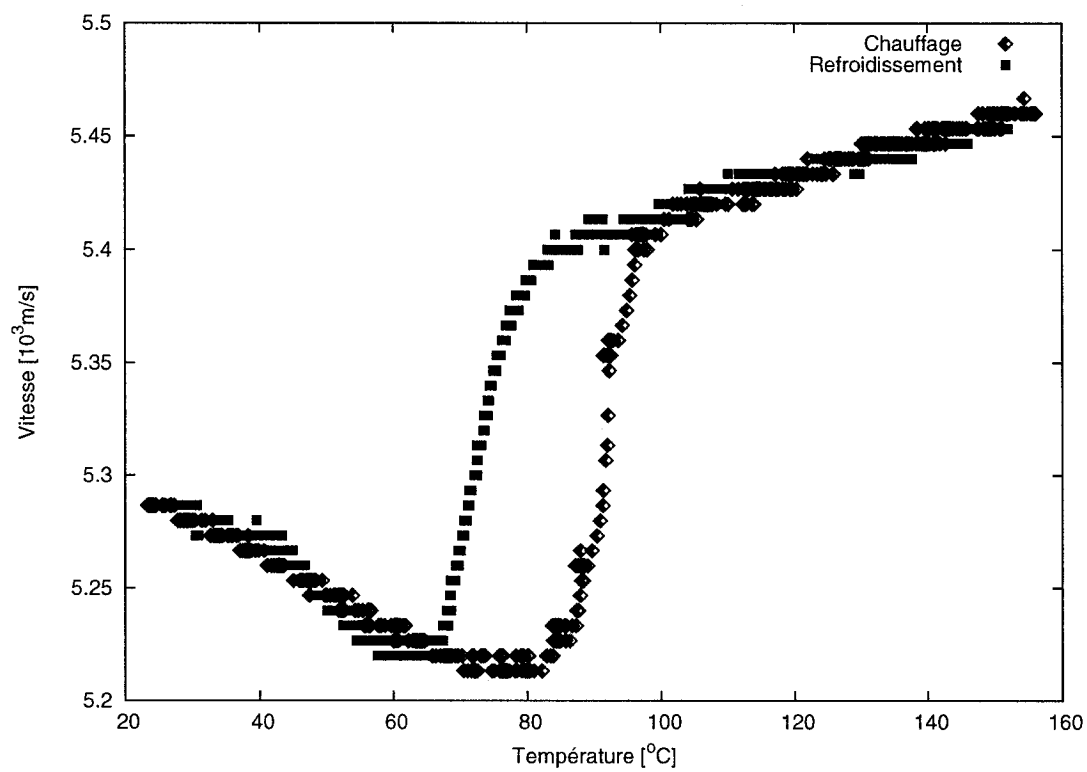


FIG. 6.10 Vitesse de l'onde longitudinale se propageant en direction X dans le plan d'isotropie X-Y. (IMI)

À la figure 6.11, on trouve un extrait de la figure 6.10, qui montre que dans le cycle de chauffage, il y a de petites boucles.

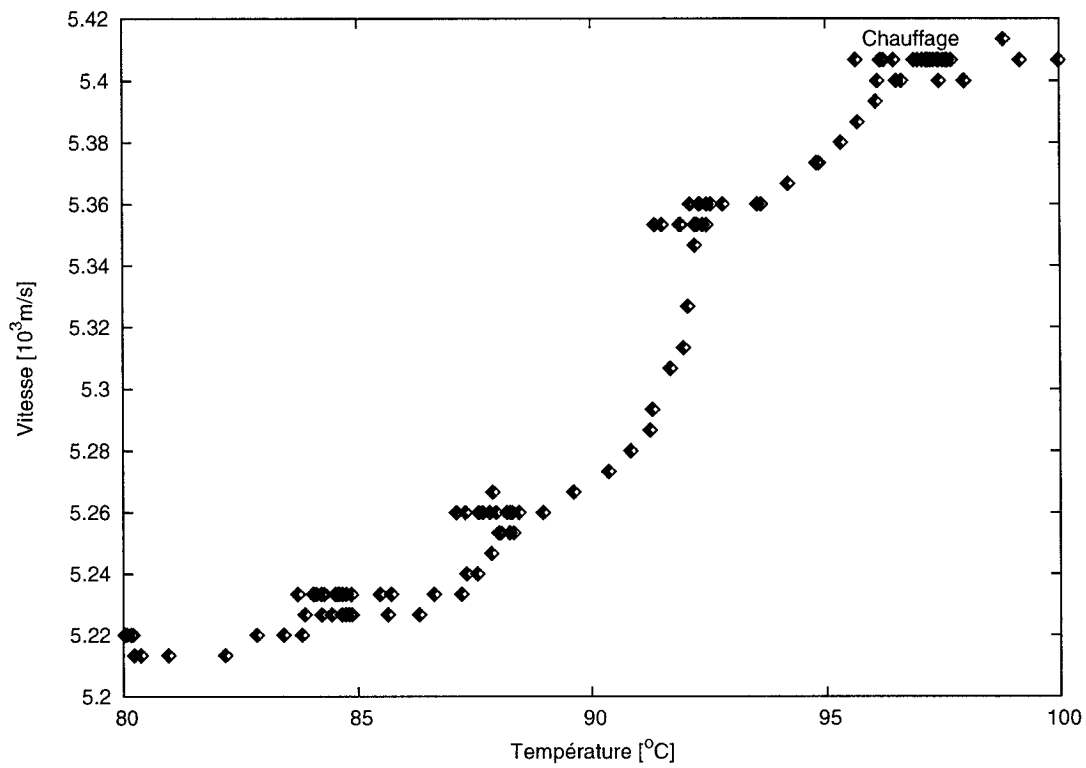


FIG. 6.11 Extrait de la figure 6.10 montrant des boucles dans le cycle de chauffage. (IMI)

Ces boucles sont le résultat des problèmes dans le système de chauffage. À certains moments, la température a diminué un peu, causant des diminutions pendant la rampe de chauffage (voir section 4.4).

Ces boucles sont seulement de petits cycles d'hystérésis, causés par le fait que, à ces températures, on se trouve au milieu d'un changement de phase. Heureusement, les cycles sont assez petits pour ne pas changer la forme de la courbe principale. À la fin de chacun de ces petits cycles, au moment où la température revient à sa valeur initiale, l'échantillon revient à sa condition (phase mélange) initiale aussi.

On pourrait simplement éliminer les données qui appartiennent à ces cycles et on trouverait la courbe de vitesse désirée sans faire trop d'approximations.

#### 6.4.2.2 Onde transversale

Malheureusement, le niveau de bruit et l'intensité du pic de l'onde transversale font qu'il est impossible de trouver la vitesse de l'onde transversale avec les mesures effectuées.

Il n'est pas possible de prendre plus de mesures pour faire le moyennage puisque le système (à l'IMI) ne permet pas de changer le point d'impact du laser de génération. Si on le fait, on retrouvera le problème de diminution de l'épaisseur due à l'ablation, problème déjà abordé à la section 4.5.

Il faudra utiliser un autre système avec la même performance que le système trouvé à l'IMI, mais qui permettra de changer le point d'impact pour faire un moyennage. Aussi, comme dans le cas de l'onde transversale en direction Z, il serait possible de trouver la vitesse de l'onde transversale en mesurant la vitesse de l'onde de Rayleigh, mais il a été impossible de le faire à cause du manque de temps.

### 6.5 Constantes d'élasticité

Les relations entre les constantes d'élasticité de notre échantillon et les vitesses de propagation se trouvent à la section 2.5.

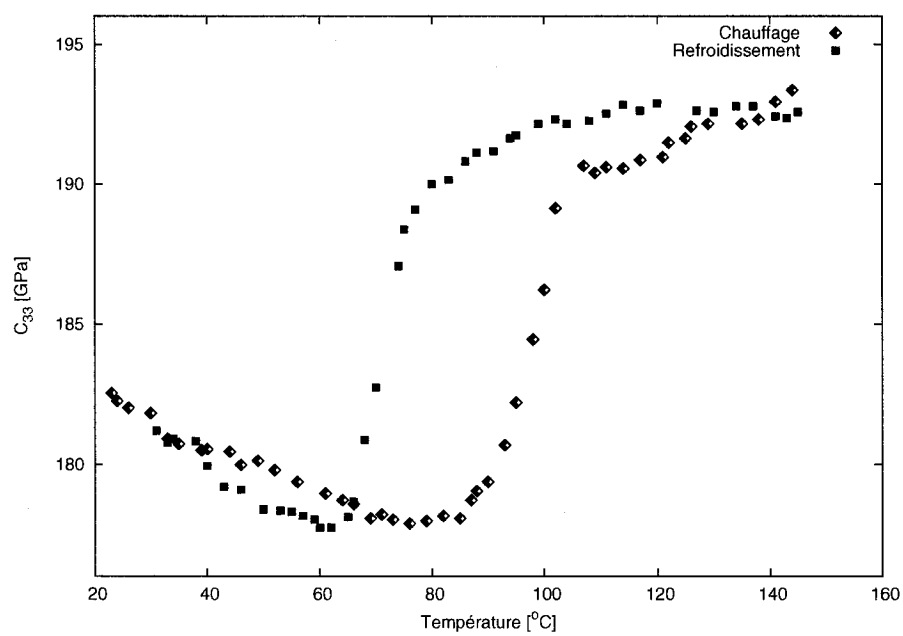
Dans notre cas, sans la vitesse de l'onde transversale en direction X, il est impossible de trouver la constante d'élasticité  $c_{12}$ .

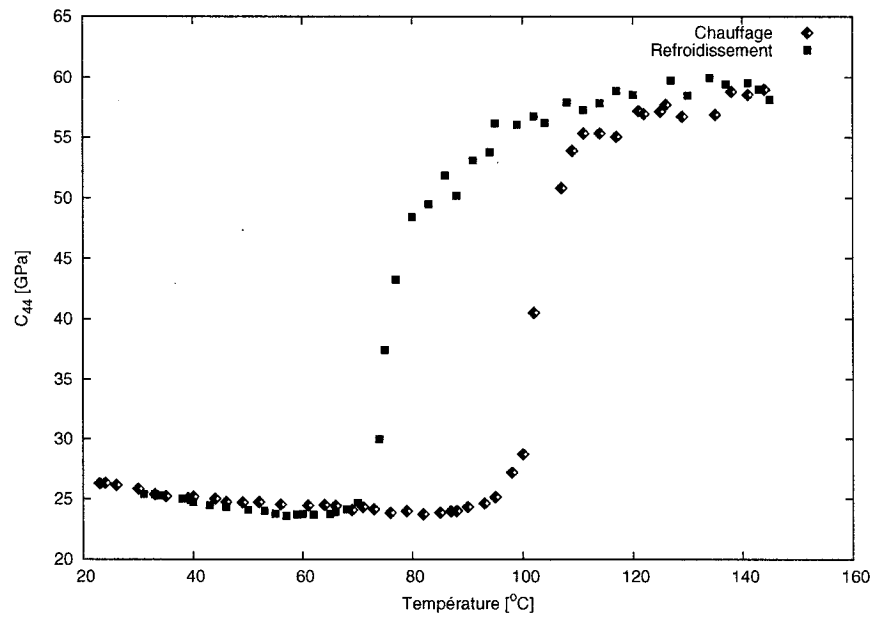
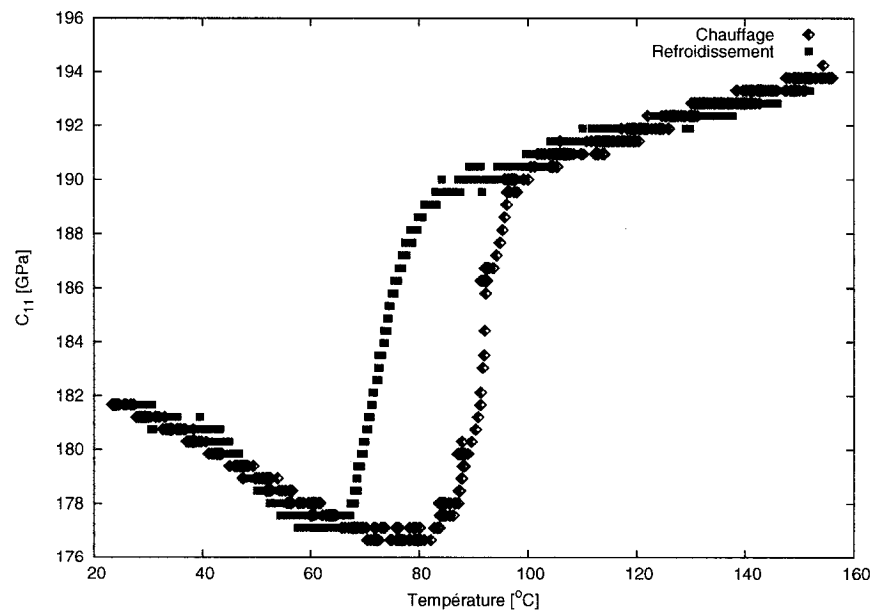
Les constantes d'élasticité qu'il est possible de trouver avec les données qu'on a mesurées sont résumées au tableau 6.1

TAB. 6.1 Relation entre les constantes d'élasticité et les vitesses de propagation.

Direction de propagation	Polarisation	Constante
Z	Longitudinale ( $V_{ZL}$ )	$c_{33} = \rho V_{ZL}^2$
	Transversale ( $V_{ZT}$ )	$c_{44} = \rho V_{ZT}^2$
X	Longitudinale ( $V_{XL}$ )	$c_{11} = \rho V_{XL}^2$

Les constantes d'élasticité se trouvent aux figures 6.12, 6.13 et 6.14.

FIG. 6.12 Constante d'élasticité  $c_{33}$

FIG. 6.13 Constante d'élasticité  $c_{44}$ FIG. 6.14 Constante d'élasticité  $c_{11}$ 

Les constantes d'élasticité ont été trouvées en utilisant les relations du tableau 6.1. La

seule variable de ces relations est la vitesse correspondante au carré ; par conséquent, le comportement des constantes trouvées est le même que celui des vitesses.

### 6.5.1 Module d'élasticité

Outre les constantes d'élasticité calculées précédemment, le module de Young ( $E$ ) et le coefficient de Poisson ( $\nu$ ) peuvent être obtenus avec les mesures de vitesses de propagation des ondes longitudinales et transversales. Ces propriétés sont plus employées que les constantes d'élasticité par les ingénieurs et les chercheurs en matériaux.

#### 6.5.1.1 Module de Young

Le module de Young se trouve en utilisant la relation suivante :

$$E = \frac{\rho V_t^2 [4V_l^2 - 3V_t^2]}{V_l^2 - V_t^2} \quad (6.2)$$

On peut voir le module de Young pour notre échantillon a la figure 6.15

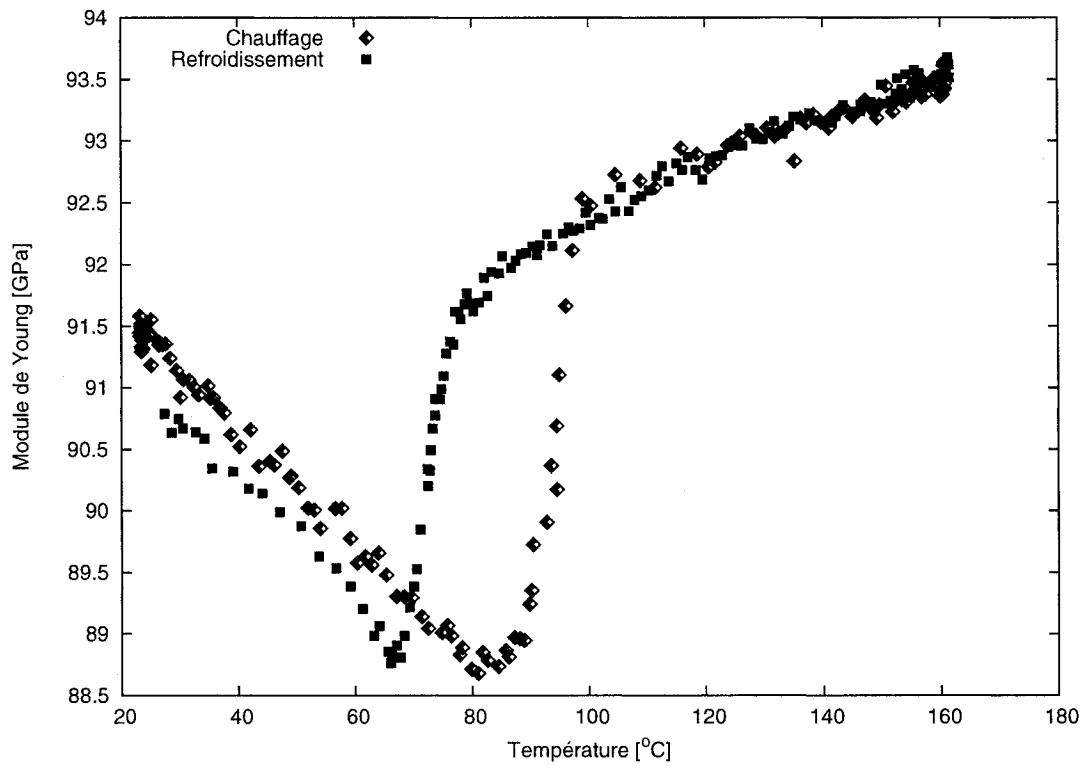


FIG. 6.15 Module de Young. (IMI)

### 6.5.1.2 Coefficient de Poisson

Le coefficient de Poisson se trouve avec l'équation suivante :

$$\nu = \frac{1 - 2 \left( \frac{V_l}{V_i} \right)^2}{2 - 2 \left( \frac{V_l}{V_i} \right)^2} \quad (6.3)$$

Le coefficient de Poisson calculé est montré à la figure 6.16

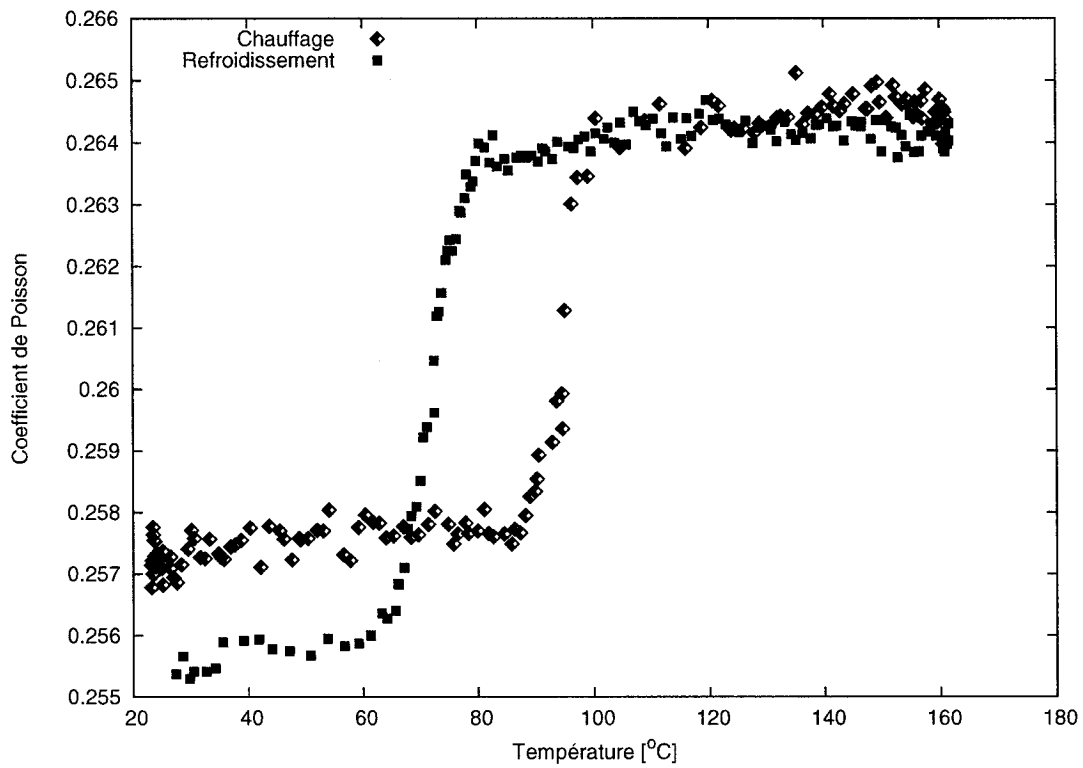


FIG. 6.16 Coefficient de Poisson. (IMI)

## 6.6 Conclusion

Il y a des références bibliographiques qui parlent des mesures des vitesses de propagation des ondes ultrasons dans les alliages à mémoire de forme, par exemple (Hitoshi Matsumoto et al., 2002), (B. Coluzzi et al., 2000), (S. Golyandin et al., 2000) et (I. Yoshida et al., 2000). Avec les vitesses de propagation, les chercheurs, mesurent différentes propriétés des alliages à mémoire de forme (module de Young, friction interne, atténuation des ultrasons, etc.). Pour valider les résultats qu'on a obtenu, on peut regarder les vitesses mesurées dans la référence (Hitoshi Matsumoto et al., 2002), ils sont pratiquement les mêmes que les vitesses (avec une différence de moins de 5%) qu'on a mesuré (au même intervalle de températures). Avec cette comparaison, on a une confirmation que nos résultats sont corrects,



et que la méthode utilisée est valide.

Dans les exemples mentionnés, ils utilisent des techniques ultrasonores avec contact (un transducteur qui génère les ultrasons et un autre qui les détecte), mais à notre connaissance il s'agit de la première fois que des propriétés d'alliages à mémoire de forme sont mesurées au moyen de la technique laser ultrasons, en particulier avec un balayage en température.

Pendant la transformation martensitique vers la phase de basse température, il est possible d'avoir un adoucissement de la structure cristalline, faisant en sorte que, à la fin de la transformation vers la martensite, l'échantillon ne se trouve pas dans le même état qu'au départ. Il s'agit d'un phénomène caractéristique des alliages à mémoire de forme que nous avons clairement mis en évidence avec notre technique de mesure.

Les ondes transversales posent plus de problèmes que les ondes longitudinales puisque, en général, le rapport signal sur bruit est faible. Dans la direction Z, on a réussi à mesurer l'onde transversale mais il y a des erreurs dans les mesures ; il faudra donc changer l'arrangement expérimental pour améliorer le rapport signal sur bruit. En direction X, le bruit a empêché la mesure de l'onde transversale ; il faudra prendre plusieurs mesures à la même température pour faire un moyennage.

La mesure de la vitesse des ondes transversales s'avère plus difficile que la mesure de la vitesse des ondes longitudinales parce que le rapport signal sur bruit pour ces ondes est faible. Si dans la direction «Z», il a été possible de mesurer la vitesse de l'onde transversale avec une faible précision, il a été impossible de le faire dans la direction «X». Nous avons proposé une alternative fort prometteuse qui consiste à mesurer la vitesse de l'onde de Rayleigh pour en déduire la vitesse de l'onde transversale. Cette approche a donné d'excellents résultats.

## CHAPITRE 7

### CONCLUSION

On a travaillé avec des échantillons de NiTi, un alliage à mémoire de forme qui est un matériau de haute technologie. On a appliqué la méthode de laser ultrasons pour trouver les constantes d'élasticité de ce matériau.

Pendant la recherche, on a trouvé plusieurs problèmes, mais en même temps, on a trouvé des solutions, ou au moins, des suggestions pour les futures recherches dans le domaine.

Quand on veut faire un balayage en température, il faut faire attention au système de chauffage. Des boucles d'hystérésis seront toujours présentes dans le cas des alliages à mémoire de forme s'il y a des problèmes avec le système de chauffage au milieu de la transformation de phase. Le problème avec le système de chauffage n'est pas directement relié au laser ultrasons mais affecte les résultats des mesures. Peu importe la méthode utilisée pour faire l'analyse des données, il faut prévoir un système de chauffage plus performant qui permettra de contrôler la température d'une façon plus précise, et surtout qui n'inverse pas la direction de changement de température.

Étant donné l'amortissement des ondes transversales à haute température, lequel se manifeste par un faible rapport signal sur bruit, il faut prévoir utiliser un système de détection avec une bonne résolution (résolution semblable à celle du système utilisé à l'IMI) et qui permettra de modifier le point d'impact, pour éviter le changement d'épaisseur par ablation et permettra en même temps de faire le moyennage.

Si un tel système n'est pas disponible, il faut utiliser un système qui permettra de détecter les ultrasons sur la même face de l'échantillon où ils sont générés. De cette façon, il est possible de mesurer l'onde de Rayleigh pour trouver la vitesse de l'onde transversale

indirectement en contournant le problème de l'amortissement.

Les analyses de données utilisées (corrélation, analyse spectrale et signal analytique) ont produit des résultats comparables. Avec les résultats trouvés, on peut dire que compte tenu de la variété des méthodes disponibles pour l'analyse de données (celles qu'on a utilisées et celles qu'on n'a pas utilisées) ceci n'est pas une limitation reliée à la méthode de laser ultrasons.

La conclusion la plus importante et la plus représentative de notre recherche n'est pas la mesure des constantes d'élasticité mais plutôt le fait que la méthode de laser ultrasons appliquée aux alliages à mémoire de forme est un véritable succès.

## RÉFÉRENCES

AULD B. A. (1973). *Acoustic fields and waves in solids*, volume 1.

AUSSEL J. D. and MONCHALIN J. P. (1989). Precision laser-ultrasonic velocity measurement and elastic constant determination. *Ultrasonics*,

BERVEILLER Marcel, BUFFARD Laurent, GUENIN Gérard, ESCHER Knut, HORN-  
GEN Erhard, HUMBEECK Jan Van, ORTIN Jordi, PATOOR Etienne, and WEYNANT  
Eric (1994). *Technologie des alliages à mémoire de forme*. Traité des Nouvelles  
Technologies, série Matériaux.

BRAILOVSKI V., PROKOSHKIN S., TERRAULT P., and TROCHU F. (2003). *Shape  
Memory Alloys : Fundamentals, Modeling and Applications*.

CERNOCH T., LANDA M., NOVAK V., and STTINER P. (2004). Acoustic characte-  
rization of the elastic properties of austenite phase and martensitic transformations in  
CuAlNi shape memory alloy. *Journal of Alloys and Compounds*,

CHATTERS Thomas and TELSCHOW Ken (1996). Optical lock-in vibration detection  
using photorefractive frequency domain processing. *Applied Physics Letters*,

COLUZZI B., BISCARINI A., CAMPANELLA R., MAZZOLAI G., TROTTA L., and  
MAZZOLAI F.M. (2000). Effect of thermal cycling through the martensitic transition  
on the internal friction and Young s modulus of a NiTi alloy. *Journal of Alloys and  
Compounds*,

DAI Liyang, CULLEN James, CUI Jun, and Manfred Wuttig (2004). Elasticity Study in Ferromagnetic Shape Memory Alloys. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*,

DE SANTIS Silvio (1999). Comportement dynamique d'alliages à mémoire de forme et application aux composites-AMF. Master's thesis,

DELGADILLO-HOLFORT I., KAACK M., YOHANNES T., PELZL J., and KHALIL-ALLAFI J. (2003). Ultrasonic investigation of multistage martensitic transformations in aged Ni-rich Ni-Ti shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*,

DESCHAMPS M. and BESCOND C. (1995). Numerical method to recover the elastic constants from ultrasound group velocities. *Ultrasonics*,

DEWHURST R J and SHAN Q (1999). Optical remote measurement of ultrasound. *Measurement Science and Technology*,

DIEULESAINT E. and ROYER D. (1974).

DUBOIS M. (1994). *Étude de la génération des ultrasons par laser dans un matériau composite*. Thèse de doctorat,

ENKOVAARA J., AYUELA A., ZAYAK A. T, ENTEL P., NORDSTROM L., DUBE M., JALKANEN J., IMPOLA J., and NIEMINEN R. M. (2003). Magnetically driven shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*,

GOLYADIN S., KUSTOV S., SAPOZHNIKOV K., PARLINSKA M., GOTTHARDT R., and VAN HUMBEECK J. (2000). Structural anelasticity of NiTi during two-stage

martensitic transformation. *Journal of Alloys and Compounds*,

HALE Thomas and TELSCHOW Ken (1996). Optical lock-in vibration detection using photorefractive frequency domain processing. *Applied Physics Letters*,

ING R. K. and MONCHALIN J.-P. (1991). Broadband optical detection of ultrasound by two-wave mixing in a photorefractive crystal. *Applied Physics Letters*,

LAGOUDAS Dr. and DIMITRIS C. Introduction to Shape Memory Alloys.

LANDA Michal, NOVAK Václav, SELDAK Petr, and STTINER Petr (2004). Ultrasonic characterization of Cu-Al-Ni single crystals lattice stability in the vicinity of the phase transition. *Ultrasonics*,

LOMBARDI Sylvie (1994). Amélioration de la résistance à la corrosion de l'alliage à mémoire de forme Nickel-Titane par modification de surface. Master's thesis,

MATSUMOTO Hitoshi, ABE Hiroshi, and MORIKAWA Yuki (2002). Two-stage transformation of aluminum-containing NiTi. *Physica B*,

MEUNIER Marc-Antoine (1995). Caractérisation expérimentale, modélisation thermomécanique et étude de la fatigue de pièces en alliages à mémoire de forme (AMF). Master's thesis,

MONCHALIN Jean-Pierre (1985). Optical detection of ultrasound at a distance using a confocal Fabry-Perot interferometer. *Applied Physics Letters*,

MONCHALIN Jean-Pierre (1986). Optical Detection of Ultrasound. *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*,

MONCHALIN Jean-Pierre and HEON R. (1986). Laser ultrasonic generation and optical detection with a confocal Fabry-Pérot interferometer. *Materials Evaluation*,

OFFICE QUÉBÉCOIS DE LA LANGUE FRANÇAISE. Le grand dictionnaire terminologique.

OTSUKA, KASUHIRO, WAYMAN, and MARVIN Clarence (1998). *Shape memory materials*.

OTSUKA Kazuhiro and KAKESHITA Omoyuki (2002). Science and technology of Shape-Memory alloys : New developments. *MRS Bulletin*,

OTSUKA Kazuhiro and KAKESHITA Tomoyuki (2002). Elastic-Constant Behavior in Ti-Ni-Based alloys. *MRS Bulletin (web extra)*,

REN X., MIURA N., TANIWAKI K., OTSUKA K., SUZUKI T., TANAKA K., CHUM-LYAKOV Yu. I., and ASAI M. (1999a). Understanding the martensitic transformations in TiNi-based alloys by elastic constants measurement. *Materials Science and Engineering A*,

REN X., MIURA N., ZHANG J., OTSUKA K., TANAKA K., KOIWA M., SUZUKI T., CHUMLAYAKOV Yu. I., and ASAI M. (2001). A comparative study of elastic constants of Ti-Ni-based alloys prior to martensitic transformation. *Materials Science*

and Engineering A,

REN X., TANIWAKI K., OTSUKA K., SUZUKI T., TANAKA K., CHUMLYAKOV Yu. I., and UEKI T. (1999b). Elastic constants of Ti50 Ni30 Cu20 alloy prior to martensitic transformation. *Philosophical magazine A*,

SALEH Bahaa E.A. and TEICH Malvin Carl (1991). *Fundamentals of photonics*. Wiley series in pure and applied optics.

SCRUBY C.B and DRAIN L.E. (1990). *Laser Ultrasonics*.

SETHNA James P. and MYERS Christopher R. (1997). Martensitic Tweed and the Two-Way Shape-Memory Effect. *Condensed Matter*,

SMA/MEMS Research Group (2001). Shape Memory Alloys.

STIPCICH Marcelo, MANOSA Luis, PLANES Antoni, MORIN Micher, ZARESTKY J., LOGRASSO T., and STASSIS C. (2004).

TAYLOR G. S., HUTCHINS D. A., EDWARDS C., and PALMER S. B. (1990). TEA-CO<sub>2</sub> laser generation of ultrasound in non-metals. *Ultrasonics*,

TELSCHOW K.L., DEASON V.A., RICKS K.L., and SCHLEY R. S. (1998). PHOTOREFRACTIVE LASER ULTRASOUND SPECTROSCOPY FOR MATERIALS CHARACTERIZATION. In Plenum Press, editor, *Nondestructive Characterization of Materials VIII*,



TROCHU F., BRAILOVSKI V., MEUNIER M. -A., and TERRIAULT P. G (1994). *Guide de caractérisation des alliages à mémoire de forme*. Groupe d'Etude et de Modélisation sur les Matériaux à Mémoire de Forme (GEM3F),

YOSHIDA I., ONO T., and ASAI M. (2000). Internal friction of Ti Ni alloys. *Journal of Alloys and Compounds*,

ZAYAK A.T., P. Entel, J. Enkovaara, A. Ayuela, and R. M. Nieminen (2003). A first-Principles Investigation of Phonon Softenings and Lattice Instabilities in the Shape-Memory System Ni<sub>2</sub>MnGa.